

BMBF - Verbundprojekt

**Intermetallische NiAl-Komponenten für
Systeme zur umweltfreundlichen
Energiewandlung**

Förderkennzeichen:

03N2009A

Teilvorhaben der Siemens AG, PowerGeneration

**Hitzeschilde aus intermetallischen NiAl-Legierungen für
stationäre Gasturbinen**

Abschlußbericht

Laufzeit: 01. 01. 1997 – 30. 09. 2001

Projektleiter: Dr. Volker Thien

**Berichter: Dr. Wolfgang Hermann, Dr. Uwe Paul
(Siemens AG, Power Generation)
Prof. Dr.Ing. P.R. Sahm,
Dipl.-Ing. Frank Scheppe
(Gießerei Institut der RWTH Aachen)**

Einleitung

In Energiewandlungssystemen, insbesondere in modernen Hochleistungs-Gasturbinen, müssen aus thermodynamischen Gründen – Steigerung des Wirkungsgrades durch erhöhte Eintrittstemperaturen und verringerten Kühlluftbedarf – verstärkt hochwertige Konstruktionswerkstoffe eingesetzt werden. Bei hohen Komponententemperaturen über 1 000 °C, wie sie bei Gasturbinenschaufeln angestrebt und bei Auskleidungen von Brennkammern weit überschritten werden, bieten Werkstoffe auf Basis der intermetallischen Phasen NiAl ein äußerst interessantes Potential aufgrund ihres sehr hohen Schmelzpunktes und der sehr guten thermischen Leitfähigkeit; hinzu kommen die prinzipiell sehr guten Oxidations- und Korrosionsbeständigkeiten.

Im Rahmen des Verbundvorhabens waren zum einen die grundsätzlichen Eigenschaften der ins Auge gefaßten NiAl-Cr und NiAl-Ta-Cr- Legierungen zu erarbeiten und als Datensätze zur Verfügung zu stellen; darüber hinaus war die technische Darstellbarkeit von Bauteilen aus den ausgewählten und in langen Versuchsreihen erprobten Legierungen mit pulver- und schmelzmetallurgischen Verfahren zurealisieren. Hierbei oblag dem Verbundpartner Max-Planck-Institut für Eisenforschung (Leitung: Priv.-Doz. Dr. G. Sauthoff, Prof. Dr. G. Frommeyer) die Erarbeitung der werkstoffwissenschaftlichen, legierungstechnischen und herstellungstechnologischen Grundlagen der ausgewählten Legierungen; die erarbeiteten Datensätze und weitere Ergebnisse sind in den entsprechenden Abschlußberichten zu ersehen und waren bisher in dieser Art weltweit nicht verfügbar.

In Abstimmung mit den Projektpartnern wurden im Hause Siemens AG, Power Generation, (Leitung: Dr. V. Thien; Projektbearbeitung: Dr. W. Hermann, Dr. U. Paul) Untersuchungen der Oxidations- und Korrosionsbeständigkeit, der mechanischen und physikalischen Eigenschaften, das Temperaturwechselverhalten sowie Eigenspannungsmessungen durchgeführt und Bearbeitungsversuche vorgenommen.

Diese Ergebnisse sind nachstehend ausführlich dargestellt.

Da jedoch die Darstellung von Bauteilen bzw. zunächst von bauteilähnlichen Proben durch schmelzmetallurgische Verfahren (Gießen) aufgrund der prinzipiellen Sprödhheit der verwendeten Legierungen ein erhebliches Problem darstellte, wurden von

Beginn des Verbundvorhabens an sowohl mit dem Gießerei-Institut der RWTH Aachen (Leitung: Prof. Dr. P.R. Sahm, Projektbearbeitung Dipl.-Ing. Frank Scheppe) umfangreiche Untersuchungen zur Realisierung von Bauteilen aus den NiAl-Legierungen – Schwerpunkt Optimierung der Herstellungstechnologien – im Zuge eines Unterauftrages ausgeführt. Wegen der Schwierigkeiten beim Vergießen dieser Werkstoffe war die Entwicklung neuer Keramikformen eingeschränkt; dennoch konnten gerade auf dem Gebiet der Feingußtechnik und der Formschalengeometrie erhebliche Fortschritte erzielt werden. Der zusammenfassende Bericht des Gießerei-Instituts – das stets auch eng mit dem Projektpartner Doncasters GmbH, Bochum, als Darsteller großtechnischer Gießprozesse zusammenarbeitete - , stellt den zweiten Teil der vorliegenden Arbeit dar.

Die ursprünglich geplante Darstellung von realen Bauteilkomponenten wie Hitzeschilde und insbesondere Leitschaufeln von Gasturbinen und deren Einsatz im Gasturbinenprüffeld der Siemens AG konnte im Zuge der Untersuchungen nicht im gewünschten Maße realisiert werden; hierfür waren noch mögliche konstruktive Änderungen des Bauteils ins Auge zu fassen, zum anderen ließen die noch nicht vollständig geklärten Verhaltenseigenschaften unter technischer Belastung den sehr aufwendigen und risikoreichen Prüffeldeinsatz noch nicht zu. Im Zuge der Verlängerung des Forschungsvorhabens konnten jedoch noch äußerst vielversprechende Prüfungen von Hitzeschild-ähnlichen Proben im Brennerprüfstand der Siemens AG, Power Generation, Mülheim a. d. Ruhr, zu Ende geführt werden; diese Ergebnisse sind im Mittelteil des vorliegenden Berichts vorgestellt.

Die im gesamten Verbundvorhaben erzielten Ergebnisse sind in dieser Fülle und Komplexität – nach Vergleich mit der internationalen Fachliteratur sowie Berichten auf den wichtigsten Fachtagungen weltweit – bisher einmalig und stellen die Bundesrepublik Deutschland international in die erste Reihe. Es erscheint äußerst sinnvoll, an diese Resultate anzuknüpfen und in Folgevorhaben die Verwendung dieser Werkstoffklasse als leistungsgesteigerte Alternative im Hochtemperatureinsatz, insbesondere bei Gasturbinen-Komponenten , fortzuführen, auch, um die führende deutsche Position in diesem Bereich weiter auszubauen.

**„Intermetallische NiAl-Komponenten für Systeme zur
umweltfreundlichen Energiewandlung“**

Beitrag der Siemens AG, Power Generation, G241 zum Abschlussbericht

von
Wolfgang Hermann, Dr.-Ing.
Uwe Paul, Dr.-Ing.

August 2002

Berichtszeitraum: 01.01.1997 bis 31.12. 2000

Inhalt

1 Untersuchte Legierungen

2 Oxidations- und Korrosionsbeständigkeit

2.1 Statische Oxidation

2.2 Zyklische Oxidation

2.3 Hochtemperaturkorrosion

3 Mechanische Untersuchungen

3.1 Warmzugversuche

3.2 Biegeversuche

4 Temperaturwechselverhalten

4.1 Laser-Thermoschock-Messung

4.1.1 Intermetallische Legierung NiAl-Ta-Cr

4.1.2 Intermetallische Legierung NiAl-Cr27

4.1.3 Fazit Thermoschock-Messungen

4.2 Abschreckversuche

5 Physikalische Eigenschaften

5.1 Elastische Moduln

5.2 Thermische Ausdehnung

5.3 Spezifische Wärmekapazität

5.4 Thermische Leitfähigkeit

6 Eigenspannungsmessungen

7 Bearbeitungsversuche

8 Zusammenfassung

9 Literatur

Anhang

1 Untersuchte Legierungen

In einem vorangegangenen Grundlagenprojekt wurden auf Basis der intermetallischen Phase NiAl zwei Legierungen entwickelt, die ein hohes Entwicklungs- und Einsatzpotential als Hochtemperaturkonstruktionswerkstoffe aufweisen. Dabei handelt es sich um eine durch Laves-Phasen verstärkte NiAl-Ta-Cr-Legierung (IP 75), sowie eine eutektische NiAl-Cr-Legierung (IP 27) mit α -Chrom als zweiter Phase. Beide Legierungen weisen eine ausgezeichnete chemische Resistenz und eine gute thermodynamische Stabilität, verbunden mit einem hohen Schmelzpunkt, auf. Da diese Legierungen zudem verglichen mit Nickel-Basislegierungen geringe Dichten sowie eine hohe thermische Leitfähigkeit besitzen, erscheinen sie als aussichtsreiche Kandidaten für den Einsatz in modernen, ökologischen und ökonomischen Energiewandlungssystemen.

Der Schwerpunkt der Untersuchungen seitens der Siemens Power Generation lag auf der Legierung NiAl-Ta-Cr.

Legierung NiAl-Ta-Cr

Auf der Basis des Systems NiAl-Ta-Cr ist ein Werkstoff entwickelt worden, der eine NiAl-Matrix mit einem bei hohen Temperaturen festigkeitssteigernd wirkenden Netzwerk einer Laves-Phase mit C14-Struktur aufweist. Der Werkstoff der Zusammensetzung 45 at% Ni, 45 at% Al, 7.5 at% Cr und 2.5 at% Ta mit der Kurzbezeichnung **IP 75** kann sowohl im Guss (**FG75**) als auch pulvermetallurgisch (**PM75**) hergestellt werden. Durch die Wahl der Herstellungsparameter - Abkühlungsgeschwindigkeit beim Guss, Bedingungen beim heißisostatischen Pressen bei der Pulverroute - und nachgeschaltete Behandlungen wie isothermes Schmieden, Umschmelzen oder Strangpressen können die Eigenschaften des Werkstoffs IP 75 durch die Einstellung unterschiedlicher Gefüge variiert werden [1 - 4].

Kennzeichnende Eigenschaften der Legierung IP 75 sind ihre hohe Festigkeit oberhalb 1000°C, ihre gute Thermoschockbeständigkeit und ein gutes Oxidationsverhalten bis 1350°C [1-5]. Im Vergleich mit kommerziellen Legierungen weist die IP 75 bei hohen Temperaturen eine höhere Festigkeit auf als die Gusslegierung IN 738 LC und die pulvermetallurgisch hergestellten Legierungen IN 100 und Udimet 700. Das gute Oxidationsverhalten beruht auf der Bildung festhaftender Al_2O_3 -Schichten. Bild 1.1 zeigt die typische Mikrostruktur der Legierung IP75.

Legierung NiAl-Cr

Stöchiometrisches NiAl bildet mit dem Refraktärmetall Chrom ein quasibinäres eutektisches System mit einer Schmelztemperatur von 1450°C, wobei die hypoeutektische Zusammensetzung $\text{Ni}_{36,5}\text{Al}_{36,5}\text{Cr}_{27}$ bezüglich der mechanischen Eigenschaften ein Optimum darstellt. Die Mikrostruktur besteht aus den primär erstarrten NiAl(Cr)-Körnern mit feindispers ausgeschiedenen Cr-Kristalliten und dem Eutektikum mit

koexistierenden NiAl(Cr)- und Cr(NiAl)- Kristalliten (Bild 1.2). Das Gefüge bleibt auch nach Wärmebehandlungen bei Temperaturen bis 1200°C stabil, wobei keine Vergrößerung der Cr-Phase stattfindet [1, 4, 6].

Im Vergleich zu Ni-Basis-Superlegierungen zeichnet sich die $\text{Ni}_{36,5}\text{Al}_{36,5}\text{Cr}_{27}$ - Legierung durch eine um 25% reduzierte Dichte und eine hohe Wärmeleitfähigkeit aus. Der mittlere thermische Ausdehnungskoeffizient entspricht in etwa dem von Superlegierungen, was eine thermische Kompatibilität von Werkstoffkombinationen gewährleistet. Im Vergleich zu einphasigem polykristallinen NiAl sind sowohl die Duktilität bei Raumtemperatur, als auch die Warmfestigkeit und der Kriechwiderstand bei hohen Temperaturen deutlich erhöht. Guss- und durch Heißstrangpressen umgeformte Legierungen können spanabhebend bearbeitet werden.

2 Oxidations- und Korrosionsbeständigkeit

Die in der Literatur [4, 7 - 9] geschilderte sehr gute Oxidations- und die gute Korrosionsbeständigkeit von NiAl wurde im Temperaturbereich von 700°C bis 1200°C an der Gussvariante FG75 überprüft. Für die Untersuchungen standen hierbei zwei verschiedene Gusschargen der intermetallischen Phase FG75 zur Verfügung: a) im Labormaßstab vom MPI hergestellt (Bezeichnung FG75-MPI) und b) von DPC unter industriellen Bedingungen (Bezeichnung FG75-DPC) abgegossenes NiAl-Ta-Cr. Getestet wurde das statische und zyklische Oxidationsverhalten sowie die Beständigkeit gegen Hochtemperaturkorrosion.

2.1 Statische Oxidation

Hierbei werden die Proben bei festen Temperaturen für eine bestimmte Zeiten an Luft ausgelagert (800, 900, 1000, 1100°C für 300, 1000, 3000h), wobei unterschieden werden muss zwischen FG75 geliefert von Doncasters (FG75-DPC) und dem MPI (FG75-MPI). Grundsätzlich musste hier zwischen vorlaufender Oxidation und der Bildung von AlN-Ausscheidungen unterschieden werden (Bild 2.1.1). Die Oxidangriffstiefe, dargestellt in Bild 2.1.2 nimmt mit Zeit und Temperatur tendenziell zu, auch wenn die Ergebnisse stark streuen, was auf die sehr schwierige Auswertung eines selektiven Oxidationsbefundes zurückzuführen ist. Das MPI-Material zeigt eine deutlich geringere Angriffstiefe, da es um einen Faktor von ca. 3 feinkörniger ist als das von DPC gelieferte Material und insbesondere keine großen und groben Laves-Phasen auftreten. Laut Herrn Dr. Palm (MPI) verarmt die NiAl-Matrix während der Oxidation an Al, wodurch die Löslichkeit für Ta und Cr erhöht wird. Dies führt wiederum zur Auflösung kleinerer Laves-Phasen Bereiche und somit zur Vermeidung des selektiven Oxidationsangriffes. Ein Vergleich mit IN 738 LC zeigt keine wesentliche Verbesserung im Oxidationsverhalten, insbesondere des DPC-Materials, gegenüber Ni-Basis-Legierungen.

2.2 Zyklische Oxidation

Bei der Durchführung zyklischer Oxidationsversuche wurden scheibenförmige Proben an Luft zyklisch bei 1000, 1100 und 1200°C oxidiert. Ein Zyklus besteht aus 2 Stunden Heizen und Halten auf Messtemperatur und 15 Minuten Abkühlen mit Pressluft. Die Proben werden regelmäßig gewogen und die Massenänderung ist in Bild 2.2.1 als Funktion der Zeit aufgetragen. Bei 1000°C ist ein stabiles Oxidwachstum bis 3000h ohne Anzeichen von Schichtabplatzungen zu erkennen. Hierbei kommt es zur Bildung von 2 unterschiedlichen Oxidtypen: eine sehr dünne Al_2O_3 -Schicht auf den NiAl-Körnern und eine dickere Cr/Ta-reiche Oxidschicht auf den Laves-Phasen, was zu einer quasi-inneren Oxidation von FG75-DPC führt. Die Versuche an FG75-DPC bei 1100°C weisen bis ca. 800h ein stabiles Oxidwachstum auf, gefolgt von einem deutlichem Massenverlust. Dies ist nicht ausschließlich auf Oxid-

abplatzungen zurückzuführen, sondern auch auf das Ausbrechen ganzer Körnern durch bevorzugte, schnelle Oxidation der Laves-Phase (Oxidation um die Körner herum), wie in Bild 2.2.2 gezeigt. Für die Oxidation bei 1200°C können prinzipiell die gleichen Aussagen wie bei 1100°C getroffen werden, nur scheint hier die selektive Oxidation der Laves-Phase extrem schnell abzulaufen.

2.3 Hochtemperaturkorrosion

Das Hochtemperatur-Korrosionsverhalten (HTK) wurde anhand des Asche- oder Schlackeeinbettversuches getestet [10], welcher auf der Erkenntnis basiert, dass HTK bei Temperaturen kleiner 950°C durch gasförmige, flüssige und feste Bestandteile oder Verunreinigungen des Verbrennungsgases hervorgerufen wird. Neben Sauerstoff treten im Heißgas Schwefeloxide, Aschereste und Alkali- und Erdalkalisulfate auf, wobei die Zusammensetzung der sogenannten FVV-Asche den in Gasturbinen gefundenen Ablagerungen entspricht. Zur Durchführung der Versuche werden die Proben in der FVV-Asche eingebettet und in einem Ofen einer strömenden Luftatmosphäre mit Zugabe von 0,03 Vol.% SO_2 ausgesetzt. Aschewechsel finden alle 170 Stunden statt.

Grundsätzlich werden bei der Hochtemperaturkorrosion von Gasturbinenwerkstoffen zwei Typen unterschieden [11]:

Typ I bei ca. 850°C weist eine ausgeprägte innere Sulfidierung mit Entstehung von Al- und Cr- reichen Sulfiden sowie eventuell auch niedrigschmelzenden Ni_3S_2 -Eutektika auf. Der Korrosionsangriff erfolgt hierbei auf breiter Front und unter einer porösen Deckschicht bildet sich eine an reaktiven Legierungselementen (Al, Cr) verarmte Zone.

Typ II bei ca. 700°C zeigt muldenförmige Angriffe ohne innerer Sulfidierung und an reaktiven Elementen verarmter Zone. Dafür werden dicke, mehrlagige und poröse Oxidschichten gefunden.

Die Ergebnisse der Hochtemperaturkorrosion (HTK) unter FVV-Asche sind in Bild 2.3.1 dargestellt. Bild 2.3.2 zeigt einen typischen HTK-Angriff wobei, wie bei der statischen Oxidation zwischen vorlaufender Oxidation und der Bildung von AlN-Ausscheidungen unterschieden werden musste. An FG75-DPC wurde, im Gegensatz zur Ni-Basis-Legierung IN 738 LC, die größte Angriffstiefe bei 800°C gefunden, einhergehend mit einem starken Korrosionsangriff über die Laves-Phase nach innen. Hierbei bilden sich Al-, Cr- und Ta-Oxide, was eine Volumenzunahme bewirkt und die Oxide heben sich pustelartige von der Oberfläche ab. Mit fortschreitender Korrosion wachsen die Pusteln zusammen und es bildet sich eine wellige Oberflächendeckschicht aus. Im Bereich der miteinander verwachsenen Pusteln tritt Sulfidierung durch Bildung von Cr-Sulfiden auf und unterhalb der Pusteln findet sich eine zweistufige Metallrandzone (Bild 2.3.3). Innerhalb der ersten Stufe dieser Metallrandzone tritt ein Al-Konzentrationsgradient auf und die NiAl-Matrix verarmt um ca. 7 Massen% an

Aluminium. Die zweite Stufe weist keinen Konzentrationsgradienten mehr auf und ihre Zusammensetzung entspricht Ni_3Al . Diese Befunde lassen für FG75-DPC einen mit der Typ I Hochtemperaturkorrosion bei Ni-Basislegierungen vergleichbaren Mechanismus vermuten.

3 Mechanische Untersuchungen

3.1 Warmzugversuche

Warmzugversuche an der intermetallischen Phase IP75 wurden bei Siemens Power Generation an einer Feingusscharge FG75 und einer pulvermetallurgisch hergestellten Charge PM75 durchgeführt. Aus einer Gussplatte (155 mm x 100 mm x 20 mm) der Feingussvariante FG75 (Lieferant Doncasters Precision Castings Bochum) wurden acht Flachzugproben gefertigt und auf eine Oberflächenrauigkeit von 0,5 μm geschliffen, da sich in vorangehenden Versuchen ein Einfluss der Oberflächengüte zeigte. Für die Warmzugversuche an pulvermetallurgisch hergestelltem PM75 (Lieferant ebenfalls Doncasters Precision Castings Bochum) wurden am MPI Düsseldorf (Dr. Palm) Rundprobenrohlinge endkonturnah, einschließlich Gewinde erodiert. Insgesamt standen neun Rohlinge zur Verfügung, die gemäß den Anforderungen des Werkstofflabors von Siemens Power Generation, Mülheim insbesondere in der Messlänge noch überschleifen werden mussten. Im Zuge dieser Nachbearbeitung, die auch ein Nachschneiden der Gewinde einschloss, brachen drei Proben und eine Probe wies deutlich Rissanzeigen in der Messlänge auf. Eine weitere Probe brach beim Einbau in die Zugprüfmaschine. Dies bestätigt die extreme Sprödigkeit der NiAl(Ta,Cr)-Legierung IP75 unabhängig vom Formgebungsverfahren (Feinguss oder Pulvermetallurgie) sowie die eingeschränkte Bearbeitbarkeit.

Die Zugversuche an den Flachproben aus FG75 führten zwischen Raumtemperatur und 900°C zu Brüchen ohne messbare Bruchdehnungen (Bild 3.1.1). Die erreichten Spannungen lagen hierbei mit 80 - 190 MPa weit unterhalb der Streckgrenze von im Druckversuch (MPI) ermittelten 990 MPa. Erst bei 1000°C wird eine Bruchdehnung von 1% gemessen, während sich das Material bei Temperaturen über 1100°C superplastisch zu verhalten scheint ($A_{1100^\circ\text{C}}$: 34%; $A_{1200^\circ\text{C}}$: 83%). Eine Streckgrenze konnte erst oberhalb 1000°C bestimmt werden. Das interessante Maximum in der Zugfestigkeit bei 1000°C dürfte auf die Tatsache zurückzuführen sein, dass die Proben unterhalb dieser Temperatur bereits vor Erreichen der Streckgrenze brechen (Bild 3.1.2). Es sollte somit ungefähr mit der spröde-duktil Übergangstemperatur korrespondieren.

An den vier verbleibenden Rundproben aus PM75 wurden von Siemens Power Generation Warmzugversuche bei 1100°C, 1000°C, 900°C und 700°C durchgeführt. Die Versuche bei 1100°C, 1000°C und 900°C waren erfolgreich, während die Probe des 700°C - Versuches im Gewinde brach. Die Ergebnisse sind in Form der Fließgrenze ($R_{p0,2}$) und der Zugfestigkeit (R_m) in Bild 3.1.3 dargestellt. Deutlich ist beim 700°C - Versuch das spröde Materialverhalten mit Bruch vor Erreichen der Fließgrenze zu erkennen.

Ein Vergleich der Warmzugversuche an PM75 (Rundproben) mit den Ergebnissen an FG75 (Flachproben) sowie Druckversuchsergebnissen des MPI an ebenfalls der Feingussvariante FG75 ist in Bild 3.1.4 gezeigt. Im Rahmen der Messgenauigkeit fallen die Ergebnisse in das übliche Streuband. Einen weiteren Vergleich der $R_{p0,2}$ –

Werte mit der Nickelbasislegierung IN738LC zeigt Bild 3.1.5. Ein Festigkeitsvorteil der NiAl(Ta,Cr)-Legierung IP75 gegenüber Ni-Legierungen zeichnet hier erst bei sehr hohen Temperaturen ($> 1000^{\circ}\text{C}$) ab. Unterhalb 1000°C zeigen die Nickelbasislegierungen zumindest die gleiche Festigkeit wie IP75 und weisen zudem ein deutlich duktileres Verhalten auf.

Bild 3.1.6 zeigt die zugehörigen Bruchdehnungen von PM75, welche ähnliche Werte aufweisen wie die gegossene Variante FG75. Insgesamt führten die Zugversuche zwischen Raumtemperatur und ca. 800°C zu Brüchen ohne messbare Bruchdehnungen. Erst ab ca. 900°C wird eine geringe Bruchdehnung gemessen, wobei sich FG75 bei Temperaturen über 1100°C superplastisch zu verhalten scheint. Die Herstellungsvariante PM75 hingegen zeigt kein superplastisches Hochtemperaturverhalten.

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass sich erst bei sehr hohen Temperaturen ($> 1000^{\circ}\text{C}$) ein Festigkeitsvorteil der NiAl(Ta,Cr)-Legierung IP75 gegenüber herkömmlichen Nickelbasislegierungen wie IN738 LC abzeichnet. Der Übergang von sprödem zu duktilen Werkstoffverhalten der intermetallischen Phase IP75 findet offensichtlich im Temperaturintervall zwischen 900°C und 1000°C statt.

3.2 Biegeversuche

An beiden verschiedenen NiAl-basierenden intermetallischen Phasen, der NiAl-Ta-Cr-Legierung IP75 und der NiAl-Cr27-Legierung IP27 wurden Festigkeitsmessungen mit Hilfe von Biegetests durchgeführt. Es handelt sich hierbei um 4-Punkt-Biegeversuche mit einem Auflagerabstand von 40 / 20 mm.

Die Festigkeitsmessungen im Biegeversuch bei Raumtemperatur an 4 Proben der Feingussvariante FG75 ergaben Werte zwischen 133 MPa und 168 MPa. Der Bruch erfolgte jeweils spröde ohne erkennbare duktile Verformung an der Probe oder Abbiegen von der Hook'schen Geraden in der Spannungs-/Dehnungskurve. Die breite Streuung der Festigkeitswerte ist typisch für spröde Materialien, wie z.B. auch Keramiken, denn sie ist abhängig von der statistischen Streuung der bruchauslösenden Fehler im Material (z.B. Poren, Mikrorisse, Einschlüsse oder andere Inhomogenitäten). Die Schwankung der gemessenen E-Moduln von Probe zu Probe lag im Bereich 196 - 200 GPa.

An der intermetallischen Phase IP27 wurde die Festigkeit bei Raumtemperatur ebenfalls durch einen 4-Punkt-Biegeversuche bestimmt. Bild 3.2.1 zeigt typische Spannungs/Dehnungs-Kurven einer Probe, die nach dem Erreichen der Maximallast von ca. 370 MPa entlastet und erneut belastet wurde. Aus der Kurve von Zyklus 1 ist zu erkennen, dass sich dieses Material auch bei Raumtemperatur nicht völlig spröde verhält, sondern sich bei hohen Spannungen duktil verformt. Bei der zweiten Belastung wurde allerdings nicht die bereits ertragene Spannung erreicht, die Probe brach bei ca. 330 MPa. Ein derartiges Verhalten könnte z.B. durch unterkritisches

Risswachstum oder eine extremes LCF-Verhalten erklärt werden. Das Bruchverhalten ist trotz der beobachteten duktilen Verformung spröd. Dadurch erklärt sich auch, dass die Raumtemperaturfestigkeit des Materials erheblich durch die Poren und Lunker beeinflusst wird. Bei der Mehrzahl der gebrochenen Proben wurde ein großer derartiger Fehler an oder dicht unter der Oberfläche der Zugseite als Bruchursprung identifiziert.

4 Temperaturwechselverhalten

Die Temperaturwechselbeständigkeit, also die Resistenz gegenüber (transienten) thermisch induzierten Spannungen der intermetallischen Phasen IP75 und IP27 wurde mittels Laser-Thermoschocktests und Abschreckversuchen nach der „Feuerfestnorm“ untersucht. Hierbei wurde das Thermoschockverhalten an zwei verschiedenen Feinguss-Chargen der intermetallischen Legierung NiAl-Ta-Cr (FG75-MPI und FG75-DPC) sowie von NiAl-Cr27 (IP27) untersucht. An Testhitzeschilden aus FG75 wurden zusätzliche Abschreckversuche durchgeführt.

4.1 Laser-Thermoschock-Messung

Bei der Laser-Thermoschockmessung wurden die Proben (ca. 45 mm x 20 mm x 4 mm) mit Hilfe eines Festkörperlasers definiert erhitzt. Die Temperaturen wurden durch pyrometrische Messungen auf Vorder- und Rückseite orts aufgelöst bzw. punktuell kontrolliert. Die Kalibrierung der Pyrometer erfolgte durch den Vergleich mit angepunkteten Thermoelementen. Mit einem an die Probe angekoppelten Sensor wurden Schallemissionen aufgenommen. Die Bestrahlungsdauer und die Brennfleckgröße des Lasers konnten je nach angestrebter Temperatur- und Spannungsverteilung eingestellt werden. Die Aufheizdauer wurde zwischen 15 s und 70 s variiert. Anschließend wurde die Probe durch Anblasen mit Stickstoff schnell auf Raumtemperatur abgekühlt. Die Versuchsanordnung ist in Bild 4.1.1 schematisch dargestellt.

In Bild 4.1.2 (links) ist eine typische Temperaturkurve für die Brennfleckmitte während der Aufheizung und Abkühlung gezeigt. Der steilere Anstieg der Kurve ab ca. 800°C ist darauf zurückzuführen, dass sich ab dieser Temperatur auf der Oberfläche eine dünne Oxidschicht bildet, wodurch die Absorption des Laserstrahls verbessert wird. Auch von Zyklus zu Zyklus nimmt die Oxidation und damit die eingekoppelte Leistung sowie die erreichte Temperatur zu.

Zwischen den einzelnen Zyklen wurden die Proben auf Risse untersucht. Diese optische Rissanalyse wird unterstützt durch die Schallemissionsmessung. In Bild 4.1.2 (rechts) sind die Schallemissionssignale zweier Zyklen gezeigt. Bei Zyklus #14 traten große Signale in der Abkühlphase auf, die bei den vorhergehenden Zyklen nicht in Erscheinung traten. Diese Schallemissionen sind wahrscheinlich auf instabile Risswachstumsvorgänge zurückzuführen, die durch Zugspannungen ausgelöst werden. Die Entstehung dieser Zugspannungen kann qualitativ wie folgt erklärt werden. Während der Aufheizphase bauen sich im Brennfleck hohe Druckspannungen auf. Der Grund dafür ist, dass der heiße Bereich von der weniger heißen Umgebung an der Ausdehnung gehindert wird. Diese Druckspannungen können oberhalb des spröde/duktile - Übergangs (BDT) durch plastische oder sogar superplastische Verformung schnell relaxieren. Während der Abkühlung entstehen in diesem Bereich dann Zugspannungen, welche die bei der schnellen Abkühlung auftretenden (wegen der hohen Wärmeleitfähigkeit des NiAl jedoch relativ niedrigen) Zugspannungen überla-

gern. In der Summe können diese Spannungen, besonders wenn bereits Anrisse vorhanden sind, zur Bildung von makroskopischen Rissen führen. Das Risswachstum wird dadurch begünstigt, dass die maximalen Zugspannungen während der Abkühlung in einem Temperaturbereich auftreten, in dem das Material sprödes Verhalten zeigt. Die Druckspannungsrelaxation ist somit eine Voraussetzung für das Entstehen von zusätzlichen Zugspannungen im Bereich der Laseraufheizung. Bei Temperaturen unterhalb des BDT kann die Relaxation nicht stattfinden. Ein anderer Mechanismus der Spannungsrelaxation wäre das bei höheren Temperaturen auftretende Kriechen. Bei den Thermoschockversuchen dürften aber die Temperaturen zu niedrig und die zur Verfügung stehenden Zeiten zu kurz gewesen sein, um merkliche Kriecheffekte zuzulassen.

4.1.1 Intermetallische Legierung NiAl-Ta-Cr

Das Thermoschockverhalten wurde an zwei verschiedenen Chargen der intermetallischen Legierung NiAl-Ta-Cr untersucht. Hierzu wurde Probenmaterial vom Max Planck-Institut für Eisenforschung in Düsseldorf (FG75-MPI) und von Doncasters Precision Casting Bochum (FG75-DPC) zu Verfügung gestellt. Das DPC-Material enthielt geringe Mengen an Silizium und bereits im Anlieferzustand Mikrorisse, die hauptsächlich an den Korngrenzen in der Laves-Phase lokalisiert waren. Diese Risse sind wahrscheinlich auf Spannungen zurückzuführen, die beim Abkühlen nach dem Gießen entstehen. Im MPI-Material wurden solche Risse im Anlieferzustand nicht gefunden.

FG75-MPI: Eine Zusammenfassung der Ergebnisse der Thermoschockprüfung an FG75-MPI ist in Abbildung 4.1.1.1 gezeigt. Beginnende Risse sind erst ab Zyklus #13 erkennbar. Die Bildung von Makrorissen im folgenden Zyklus #14 geht von diesen kleinen Rissen aus. Die mikrostrukturellen Befunde hierzu können Bild 4.1.1.2 entnommen werden. Risse, die durch die Thermoschockbelastung entstehen, verlaufen bevorzugt an den Korngrenzen oder in den Laves-Phasen. Nur längere Risse verlaufen transkristallin durch die NiAl-Körner. Die Gefügeinhomogenitäten der Korngrenzphase führen offenbar zu hohen lokalen Spannungsintensitäten, wodurch Risswachstum ausgelöst wird. Die Cr-Ausscheidungen in den NiAl-Körnern beeinflussen das Risswachstum nicht erkennbar.

FG75-DPC: Am Werkstoff FG75-DPC reichte bei den Thermoschockuntersuchungen unter gleichen Meßbedingungen (siehe oben) bereits ein Zyklus mit einer Maximaltemperatur von 500°C aus, um in dem Material Risswachstum auszulösen. Das DPC-Material hat somit eine deutlich geringere Thermoschockresistenz als das MPI-Material. Es ist anzunehmen, dass die bereits vorhandenen Mikrorisse die Ursache dafür sind. In Bild 4.1.1.3 ist gezeigt, dass auch beim DPC-Material die Risse bevorzugt entlang der Korngrenzen verlaufen. Im Unterschied zum MPI-Material finden sich aber viele Rissverzweigungen und Stellen, an denen die Laves-Phase aus-

gebrochen ist. Diese Rissbilder sind sowohl auf der bestrahlten Seite als auch auf der Rückseite zu finden, wobei die großen Risse von Oberfläche zu Oberfläche durchgehend sind. Der oben beschriebene Relaxationsmechanismus ist hier wegen der niedrigen Temperaturen nicht wirksam. Die Materialschädigungen sind deshalb allein auf die Wirkung elastischer Spannungen zurückzuführen.

Bei einer weiteren Versuchsserie wurden Temperaturen eingestellt, die etwa den Bedingungen eines (von der Rückseite gekühlten) Hitzeschildes in der Gasturbine entsprechen. Die Bestrahlungsbedingungen wurden so gewählt, dass wesentliche Temperaturunterschiede hauptsächlich zwischen Vorder- und Rückseite der Probe auftraten (bis zu 450 K). Deshalb traten die bei den Versuchen mit kleinem Brennfleck wirksamen, lokal sehr hohen Druckspannungen hier nicht auf. Vielmehr sind Druck- und Zugspannungen auf Vorder- bzw. Rückseite gleichmäßiger verteilt. Auch unter diesen Belastungsbedingungen zeigte das DPC-Material Risse an den Korngrenzen und Ausbrüche von Körnern.

Fazit – IP75: Eine Abkühl -Thermoschockbelastung ist für NiAl-Ta-Cr (IP75) deshalb kritisch, weil die höchsten Spannungen beim Thermoschock in Bauteilbereichen auftreten, die bereits abgekühlt und damit spröde sind. In den noch heißen Zonen herrschen dagegen instationäre Druckspannungen vor. Duktile (oder sogar superplastische) Verformung oder Kriechverformung unter Druckspannung im heißen Zustand (Spannungsrelaxation) kann zusätzlichen Zugspannungen beim Abkühlen hervorrufen.

Die Laves-Phase wirkt als Gefügeinhomogenität im spröden Bereich rissauslösend. Die kritische Bedingung für Risswachstum ($\text{Triebkraft} \geq \text{Widerstand}$, oder: $\text{wirksame Energiefreisetzungsrate} \geq \text{kritische Energiefreisetzungsrate}$) wird zuerst im Bereich der Korngrenzen und der Laves-Phasen erreicht. Eine feinere Verteilung der Laves-Phase sowie kleinere Korngrößen wären, zumindest im spröden Bereich, wahrscheinlich günstiger.

Die Resistenz des DPC-Materials (FG75-DPC) gegen Thermoschock und Thermoermüdung ist wesentlich geringer als die des MPI-Materials (FG75-MPI). Der Grund ist wahrscheinlich, dass bereits im Anlieferzustand Mikrorisse, als Resultat von verbleibenden Spannungen, die beim Abkühlen nach dem Gussprozess entstehen, vorhanden sind. Typische Schädigungen sind zuerst Mikrorisse an den Korngrenzen und Ausbrechen von Laves-Phasen und später Makrorisse, die transkristallin verlaufen.

4.1.2 Intermetallische Legierung NiAl-Cr27

Das Thermoschockverhalten wurde an der intermetallischen Legierung NiAl-Cr27 (IP27), die in eine Al₂O₃-Kokille vergossen wurde, untersucht. Das Gefüge enthielt Poren bzw. Lunker in einer bimodalen Größenverteilung. Während kleine Poren (<5 µm) sich gleichmäßig verteilt sowohl im Eutektikum als auch in den NiAl-Körnern finden, liegen größere Poren (bis ca. 25 µm) nur im Eutektikum vor und sind an einigen Stellen der Proben angereichert. Weiterhin wurden einzelne sehr große (bis 1 mm) Lunker gefunden. In früheren Untersuchungen (FG75) hatte sich gezeigt, dass polierte Proben während der Lasererhitzung bei Temperaturen > 900°C merklich oxidieren. Dadurch steigt die Absorption des Laserstrahls mit zunehmender Zyklenzahl deutlich an. Um eine gleichmäßige Erhitzung in allen Zyklen zu gewährleisten, wurden die Proben deshalb nach der Politur zur Bildung einer dünnen Oxidschicht 2 h bei 1000°C im Ofen getempert.

Als experimentelle Parameter bei der Prüfung wurden die Bestrahlungsdauer und der Brennfleckdurchmesser variiert. Aus der Kombination dieser Parameter ergeben sich verschiedene Temperatur- und Spannungsverteilungen. So entstehen z.B. in einem kleinen heißen Fleck Druckspannungen, ein großer Brennfleckdurchmesser dagegen führt zu einer relativ gleichmäßigen Erwärmung der Probe und zu entsprechend niedrigen Spannungen. Als weiterer Parameter wurde in einigen Fällen die Abkühlgeschwindigkeit variiert. Folgende Versuchsbedingung wurden gewählt, wobei als Maximaltemperatur jeweils ca. 1050°C erzielt wurde:

- 1) Großer Spot für homogene Erwärmung mit Ø 13 mm; 120 s Aufheizzeit; Kühlung nur während Abkühlphase; **Ergebnis: 20 Zyklen bis zu Bildung von Makrorissen**
- 2) Kleiner Spot zur Erhöhung der Druckspannung mit Ø 4 mm; 20 s Aufheizzeit; Kühlung nur während Abkühlphase; **Ergebnis: 90 Zyklen bis zu Bildung von Makrorissen**
- 3) Kleiner Spot zur Erhöhung der Druckspannung mit Ø 4 mm; 20 s Aufheizzeit; Dauerkühlung zur Erhöhung des Temperaturgradienten; **Ergebnis: 90 Zyklen bis zu Bildung von Makrorissen**
- 4) Kleiner Spot zur Erhöhung der Druckspannung mit Ø 4 mm; 70 s Aufheizzeit; Dauerkühlung zur Erhöhung des Temperaturgradienten; langsames Abkühlen; **Ergebnis: 9 Zyklen bis zu Bildung von Makrorissen**
- 5) Kleiner Spot zur Erhöhung der Druckspannung mit Ø 4 mm; 70 s Aufheizzeit; Dauerkühlung zur Erhöhung des Temperaturgradienten; schnelles Abkühlen; **Ergebnis: 14 Zyklen bis zu Bildung von Makrorissen**

Belastungsart 1: Durch einen großen Laserspot wurde die Probe so erwärmt, dass nur geringe laterale Temperaturgradienten entstanden (Bild 4.1.2.1). Die Temperaturdifferenz zwischen bestrahlter Seite und Rückseite dürfte leichte Druckspannungen auf der heißen Seite und leichte Zugspannungen auf der Rückseite hervorrufen. Wegen der hohen Wärmeleitfähigkeit des Materials (siehe 5.4) ergeben sich bei der schnellen Abkühlung nur relativ geringe Temperaturdifferenzen zwischen Vorder- und Rückseite. Damit sind nur moderate Spannungen zu erwarten.

Besonders an den Grenzen und Tripelpunkten der eutektischen Zellen sind nach 20 thermischen Zyklen Ausbrüche zu beobachten (Bild 4.1.2.2). Diese Ausbrüche erreichen eine Größe von maximal ca. 100 μm und sind damit weit weniger schwerwiegend als bei der NiAl(Ta,Cr)-Legierung FG75.

Belastungsarten 2 und 3: In diesen Versuchen wurde durch einen kleinen Laserspot eine relativ kleine heiße Zone mit einem steilen Temperaturabfall am Rand erzeugt (Bilder 4.1.2.3 und 4.1.2.4). Dadurch wurden hohe Druckspannungen während der Bestrahlungszeit induziert. In der Umgebung des heißen Flecks bauten sich, ebenso wie auf der Rückseite, (moderate) Zugspannungen auf. Durch Kühlung der Ränder während des Aufheizens, wurde bei Belastungsart 3 ein steilerer Temperaturabfall erreicht als bei Belastungsart 2. Weiterhin entsteht so ein größerer Temperaturunterschied zwischen bestrahlter Seite und Rückseite und eine höhere Abkühlgeschwindigkeit.

Unter diesen Bedingungen treten nicht nur kleine Ausbrüche auf, sondern es werden Risse in der bestrahlten Oberfläche beobachtet. Diese Risse haben Längen von < 1 mm und sind auf den Bereich des Laserflecks beschränkt. Sie verlaufen bevorzugt entlang der Grenzen der eutektischen Zellen (Bilder 4.1.2.5 und 4.1.2.6). Der Rissverlauf ist, bezogen auf die NiAl-Körner, nur in wenigen Fällen transkristallin, meist werden diese Körner umgangen. Rissablenkmechanismen dieser Art tragen zur Erhöhung der Bruchzähigkeit im spröden Bereich und damit zur Verstärkung des Werkstoffs bei. Eine Abhängigkeit der Rissursprünge von den in der Mikrostruktur vorhandenen Poren ist nicht erkennbar. Stärker wirksam scheinen hingegen die Grenzflächen zwischen den eutektischen Zellen zu sein. Bei Belastungsart 3 sind zusätzlich stufenartige Verformungen zu beobachten (Bild 4.1.2.6). Es ist anzunehmen, dass durch plastische Verformungen bei hohen Temperaturen Körner an den Rändern der Risse durch die höheren Druckspannungen herausgedrückt werden.

Belastungsarten 4 und 5: Diese Versuchsreihen unterscheiden sich von den Belastungsarten 2 und 3 durch die längere Haltezeit bei hoher Temperatur (Bilder 4.1.2.7 und 4.1.2.8). Dadurch wird eine bessere Durchwärmung ermöglicht. Zusätzlich wurde der Einfluss der Abkühlgeschwindigkeit geprüft. Dazu wurde in einem Fall (Belastungsart 4) die Laserleistung langsam reduziert, im anderen Fall (Belastungsart 5) der Laser schlagartig abgeschaltet.

Im Unterschied zu den Belastungsarten 2 und 3 werden nicht nur kurze Risse auf der bestrahlten Oberfläche beobachtet, sondern große Brüche, die bis zur Rückseite reichen und fast den gesamten Probenquerschnitt umfassen (Bilder 4.1.2.9 und 4.1.2.11). Die Öffnung dieser Brüche nimmt vom Bereich des Brennflecks zum Probenrand hin ab (Bild 4.1.2.10). Fraktografische Untersuchungen zeigten, dass der Bruchursprung jeweils im Bereich der heißen Zone liegt und sich die Rissfronten von dort in Richtung Probenkanten ausbreiten. Aus diesem Verlauf der Risse ist zu schließen, dass es sich bei den bruchauslösenden Spannungen um radiale Zugspannungen im Bereich des Brennflecks handelte. Dieser Spannungszustand tritt bei der Abkühlung auf und ist besonders ausgeprägt, wenn im heißen Zustand Druckspannungen relaxieren konnten. Die Unabhängigkeit des Schadensbildes von der Abkühlgeschwindigkeit ist ein weiterer Hinweis auf dieses Verhalten, denn in diesem Fall sind hauptsächlich die Höhe der Druckspannungen im heißen Zustand und weniger die Temperaturgradienten bei der Abkühlung für die Höhe der Zugspannungen verantwortlich. Das im Versuch beobachtete Schadensverhalten ist also ein Hinweis darauf, dass in der Probe nicht-elastische Verformung stattfinden konnte. Die Tatsache, dass dieser Effekt erst bei längerer Haltezeit zu beobachten war, deutet darauf hin, dass es sich dabei um einen zeitabhängigen Effekt handelt, d.h. also eher eine Verformung durch Kriechen als durch duktiles Verhalten.

Bei der intermetallischen Legierung NiAl-Cr27 zeigte sich, dass eine schnelle großflächige Abkühlung wegen der hohen Wärmeleitfähigkeit des Materials kaum zu kritischen Spannungszuständen führt. Höhere Spannungen entstehen durch ungleichmäßige Erwärmung bzw. Kühlung. Eine besondere Rolle für die Zugspannungsentstehung bei der Abkühlung spielt die Spannungsumkehr nach einer vorhergehenden Druckspannungsverformung, z.B. durch Kriechen. Aufgrund dieses Effektes entstehen Spannungen, die zu erheblichem Risswachstum führen können. Der Rissfortschritt ist dadurch begünstigt, dass diese Spannungen in dem Duktil/Spröd-Übergangsbereich oder im Bereich des spröden Materialverhaltens auftreten.

4.1.3 Fazit Thermoschock-Messungen

Die Resistenz der Legierung NiAl-Cr27 (IP27) gegenüber Thermoschocks ist deutlich höher als die von NiAl-Ta-Cr (FG75). Bei der Legierung FG75 treten bereits bei Testbedingungen, die der Belastungsart 1 entsprechen, Schäden durch Ausbrechen der Laves-Phase auf. Diese Schäden sind schon bei wesentlich niedrigeren Temperaturen zu beobachten und umfassen größere Flächenanteile des Gefüges. Der wesentliche Unterschied bei der Rissausbreitung ist durch die unterschiedlichen Mikrostrukturen beider Legierungen gegeben. Während bei NiAl-Ta-Cr Risse bevorzugt an den Grenzen zwischen NiAl und Laves-Phasen beginnen und sich innerhalb der Laves-Phasen verzweigen, verläuft das Risswachstum bei NiAl-Cr27 anfangs hauptsächlich zwischen den Grenzen der eutektischen Zellen. Die NiAl-Körner werden in

beiden Fällen entweder bei kleinen Risswachstumsgeschwindigkeiten umgangen und bei großen Wachstumsgeschwindigkeiten geschnitten. Das Verhalten der Laves-Phasen bei NiAl-Ta-Cr scheint deutlich spröder zu sein als das des Eutektikums bei NiAl-Cr27. Im letzteren Fall zeigen sich in den Rissen deutliche duktile Anteile (z.B. in Form von „Brücken“).

Insgesamt ist die untersuchte NiAl-Cr27-Legierung bezüglich ihres Verhaltens unter Temperaturwechseln und thermischen Gradienten höher zu bewerten als die FG75-Charge von DPC. Der Grund liegt in der etwas höheren Duktilität auch bei niedrigen Temperaturen, die hauptsächlich von der eutektischen Phase bestimmt wird. Die vom MPI Düsseldorf abgegossene FG75-Legierung, die im Anlieferungszustand keine Risse aufwies, ist ähnlich zu bewerten wie NiAl-Cr27, wenn auch wegen unterschiedlicher Messbedingungen ein direkter Vergleich nicht möglich ist.

4.2 Abschreckversuche

An Testhitzeschilden aus FG75, abgegossen vom Gießerei-Institut in Aachen wurden zusätzliche Thermoschocktests nach der „Feuerfestnorm“ DIN 51068 (05/76) durchgeführt. Hierzu werden die Bauteile zunächst 1 Stunde bei 1000°C geglüht und anschließend im kalten Wasser abgeschreckt. Dabei sollten die Hitzeschildchen mehr als 60 Thermoschockzyklen überstehen. An den Testhitzeschilden aus der NiAl-Ta-Cr-Legierung FG75 traten allerdings bereits nach dem ersten Zyklus deutliche Risse auf, die das gesamte Bauteil durchzogen (Bild 4.2.1). Nach dem zweiten Thermoschockzyklus brach das Testhitzeschild vollständig auseinander (Bild 4.2.2). Dieses katastrophal schlechte Thermoschockverhalten dürfte jedoch darauf zurückzuführen sein, dass die untersuchten Bauteile bereits in der Farbeindringprüfung Anzeigen aufwiesen.

5 Physikalische Eigenschaften

Folgende thermophysikalischen Eigenschaften wurden an der intermetallischen NiAl-Ta-Cr-Legierung IP75 bestimmt: elastische Eigenschaften (Elastizitäts- und Schubmodul), thermische Ausdehnung, spezifische Wärmekapazität und thermische Leitfähigkeit. Für die Probenfertigung stand eine Gussplatte (155 mm x 100 mm x 20 mm) der Feingussvariante FG75 von Doncasters Precision Castings Bochum zur Verfügung.

Zur besseren Einschätzung des Potenzials der intermetallischen NiAl-Legierungen wurden die ermittelten Werte mit Werkstoffdaten der Ni-Basis-Legierung IN 738 LC verglichen.

5.1 Elastische Moduln

Die dynamischen elastischen Moduln (Elastizitätsmodul E und Schubmodul G) von FG75 wurden im Temperaturbereich zwischen 20°C und 1200°C mit einer dynamischen Resonanzmethode bestimmt. Bei Raumtemperatur konnte der Elastizitätsmodul von FG75 zusätzlich noch aus Biege- sowie Zugversuchen (statische Moduln) ermittelt werden. Die Ergebnisse sind in Bild 5.1.1 im Vergleich zur Nickel-Basislegierung IN738 LC als Funktion der Temperatur aufgetragen. Hierbei stimmen die dynamischen (Mittelwerte aus zwei Messungen) und statischen Elastizitätsmoduln der Feingussvariante FG75 sehr gut überein und bewegen sich in der Größenordnung von IN 738 LC und anderer Nickel-Basislegierungen. Die elastischen Moduln von FG75 weisen aber eine geringere Temperaturabhängigkeit als Nickellegierungen auf.

Weiterhin wurden aus den Warmzugversuchen an der pulvermetallurgisch hergestellten Varianten PM75 (Lieferant Doncasters Precision Castings Bochum) noch die Elastizitätsmoduln gewonnen und in Bild 5.1.2 mit den Daten von FG75 verglichen. Während die dynamischen und statischen Elastizitätsmoduln der Feingussvariante FG75 sehr gut übereinstimmen, weichen die Moduln von PM75 deutlich ab und weisen insbesondere einen wesentlich steileren Temperaturverlauf auf. Diese, aus den Warmzugversuchen an PM75, gewonnene Temperaturabhängigkeit des Elastizitätsmoduls ist sehr unrealistisch und dürfte auf Mess- bzw. Auswertefehler zurückzuführen sein.

Es wird somit empfohlen die dynamischen Moduln von FG 75 heranzuziehen. Diese bis 1200°C gemessenen, isotropen elastischen Kennwerte (Elastizitäts- und Schubmodul) bewegen sich in der Größenordnung von Ni-Basislegierungen, zeigen allerdings nicht den für Ni-Basis-Legierungen typischen Hochtemperaturabfall. Die intermetallische Phase IP75 dürfte somit bei hohen Temperaturen eine deutlich höhere Steifigkeit aufweisen als Nickel-Basislegierungen.

5.2 Thermische Ausdehnung

Das thermische Ausdehnungsverhalten von FG75 wurde zwischen Raumtemperatur und 1400°C dilatometrisch bestimmt. Für die Messungen wurden zwei unterschiedliche Apparaturen herangezogen: ein Vertikaldilatometer (bis 1200°C; Aufheizrate 1K/min) sowie ein Horizontaldilatometer (bis 1400°C; Aufheizrate 2K/min). Beide Geräte wurden nach DIN 51 045 kalibriert.

Die Ergebnisse sind in Form des Wärmeausdehnungskoeffizienten im Vergleich zur Nickellegierung IN738 LC in Bild 5.2.1 dargestellt. Beide Messungen an FG75 weisen eine gute Übereinstimmung auf. Die thermische Ausdehnung der intermetallischen NiAl-Legierung FG75 bewegt sich im erwarteten Rahmen und weist, insbesondere bei hohen Temperaturen deutlich geringere Werte als Nickel-Basis-Legierungen auf (z.B. bei 900°C: IN738LC $\approx 15,5 \cdot 10^{-6}$; FG75 $\approx 14,3 \cdot 10^{-6}$).

Auffallend ist ein leichtes Maximum bei ca. 1000°C, welches im Rahmen der Messgenauigkeit, auch im Zuge von DTA-Messungen vom Gießerei-Institut RWTH Aachen nachgewiesen wurde und bislang ungeklärt ist.

5.3 Spezifische Wärmekapazität

Die spezifische Wärmekapazität der NiAl-Ta-Cr-Legierung FG75 wurde mittels der dynamischen Differenzkalorimetrie (DSC) bestimmt. Hierfür wurde eine Wärmestrom-DSC Apparatur nach Messvorschrift DIN EN 821-3 herangezogen.

Die ermittelte spezifische Wärmekapazität der intermetallischen Phase IP75 ist in Bild 5.3.1 im Vergleich zu IN738 LC als Funktion der Temperatur aufgetragen. Die Werte der spezifischen Wärmekapazität liegen in einem für NiAl-Legierungen typischen Bereich und weisen auch ähnliche Werte auf wie die Nickelbasislegierung IN 738 LC.

5.4 Thermische Leitfähigkeit

Die Wärmeleitfähigkeit λ der intermetallischen Phase FG75 wurde nicht direkt, sondern aus dem Produkt der Temperaturleitfähigkeit a , der spezifischen Wärmekapazität c_p und der Dichte ρ ermittelt:

$$\lambda = a \cdot c_p \cdot \rho$$

Die Temperatur-Dichte-Abhängigkeit wird hierbei unter der Annahme isotroper Ausdehnung aus der Dichte bei Raumtemperatur $\rho_{(RT)}$ und dem gemessenen linearen thermischen Ausdehnungskoeffizienten α ermittelt:

$$\rho_{(T)} = \rho_{(RT)} \cdot \left(\frac{1}{1 + \alpha \cdot \Delta T} \right)^3$$

Die Temperaturleitfähigkeit der NiAl-Ta-Cr-Legierung FG75 wurde mittels Laser-Flash-Analyse (LFA) bestimmt. Hierzu wurde eine Laser-Flash-Apparatur mit einem Nd-YAG-Laser nach Messvorschrift DIN EN 821-2 herangezogen.

Die so ermittelte thermische Leitfähigkeit der intermetallischen Phase IP75 ist in Bild 5.4.1 im Vergleich zur Nickel-Basis-Legierung IN738 LC als Funktion der Temperatur aufgetragen. Die Wärmeleitfähigkeit von FG75 weist um einen Faktor von ca. 4 höhere Werte auf als die Nickelbasislegierung IN 738 LC (Bild 5.4.1), wobei λ bis ca. 900°C mit der Temperatur ansteigt um dann wieder abzunehmen. Dies ist auf Schwierigkeiten bei der Messung zurückzuführen, so dass die für Temperaturen oberhalb 900°C angegebenen Werte als stark fehlerbehaftet angesehen werden müssen.

6 Eigenspannungsmessungen

Im Zuge der Werkstoffdatenermittlung bestand ein Schwerpunkt der Untersuchungen in der Bestimmung der Eigenspannungsverteilung im Bauteil (Hitzeschild) nach der gusstechnischen Herstellung um, wenn möglich, Rückschlüsse auf die Gussprozessoptimierung zu ziehen. Hierbei wurden folgende Verfahren angewendet: Röntgen-, Ringkern- und Zirkularbohrlochmethode.

Die genannten Untersuchungstechniken besitzen unterschiedliche Auflösungen, so dass ein Vergleich der jeweiligen Ergebnisse ein zuverlässiges Tiefenprofil der Eigenspannungen ergeben sollte.

- Das Röntgenverfahren liefert Eigenspannungen in einer Tiefe von 0 - 1 μm mit der höchsten Genauigkeit an der Oberfläche.
- Die Zirkularbohrlochmethode eignet sich für Messungen in einer Tiefe von 0,2 - 0,8 mm mit maximaler Genauigkeit in 0,2 - 0,4 mm Tiefe.
- Das Ringkernverfahren kann für Eigenspannungsmessungen in einer Tiefe von 0,5 - 2,0 mm herangezogen werden. Die höchste Genauigkeit liegt bei ca. 1,5 mm Tiefe.

Die Eigenspannungsmessungen wurden an zwei Stellen eines in FG75 abgegossenen Hitzeschildes (siehe Bild 6.1) gemessen und führten zu folgenden Resultaten:

- Das Röntgenverfahren (Tiefenaussage: 0 - 1 μm) ergab Druckeigenspannungen an der Oberfläche von ca. 760 MPa.
- Die Zirkularbohrlochmethode (Tiefenaussage: 0,2 - 0,8 mm) liefert Druckeigenspannungen von ca. 150 MPa in einer Tiefe von 0,3 mm, 0 MPa bei 0,4 mm und Zugeigenspannungen von ca. 70 MPa bei 0,5 mm.
- Das Ringkernverfahren (Tiefenaussage: 0,5 - 2,0 mm) ergab je nach Messstelle Druckeigenspannungen von ca. 20 - 30 MPa bzw. 0 MPa in einer Tiefe von 1,5 mm und 0 MPa bzw. Zugeigenspannungen von 20 MPa 2 mm unter der Oberfläche.

Insgesamt ergibt sich somit das in Bild 6.2 für die einzelnen Verfahren dargestellte Ergebnis. Unter Berücksichtigung des Tiefenbereiches, in welchem die einzelnen Meßmethoden maximale Genauigkeit aufweisen, können folgende, im wesentlichen qualitative Schlussfolgerungen getroffen werden: in dem untersuchten Hitzeschild treten an der Oberfläche starke Druckeigenspannungen von wahrscheinlich größer 500 MPa auf. Diese Druckeigenspannungen nehmen im Werkstoff deutlich ab und wechseln in einer Tiefe von ca. 0,5 - 0,6 mm in leichte Zugeigenspannungen ($\approx$ 0 - 50 MPa).

Allerdings sollten die angegebenen Werte aufgrund verschiedener Fehlerquellen kritisch betrachtet werden. Beträgt die Eigenspannung mehr als 70% der Streckgrenze des Materials, wird das Ergebnis verfälscht. Ferner sollte, für eine statistische Absicherung, bei der Messung eine hinreichende Anzahl an Körnern erfasst werden. Ist dies nicht der Fall (z.B. bei grobkörnigem Material) kann aufgrund der elastischen Anisotropie (E-Modul: 96 - 275 GPa) eine deutliche Ergebnisverfälschung auftreten.

7 Bearbeitungsversuche

Im Rahmen einer Vorstudie bei Siemens Power Generation wurde die NiAl-Ta-Cr-Legierung FG75 bezüglich ihrer Bearbeitbarkeit untersucht und mit den bisherigen Erfahrungen an intermetallischen Phasen verglichen. Anhand herkömmlicher Verfahren, wie Bohren, Drehen, EDM, Schleifen und Trennen wurde die Bearbeitbarkeit einer Probenplatte, die von Doncasters Precision Castings Bochum im Gusszustand geliefert wurde, qualitativ getestet. Das Material verhielt sich dabei fast genau so spröde wie herkömmliche intermetallische Phasen.

Herkömmliche spanabhebende Verfahren erwiesen sich als ungeeignet, da das Gussmaterial sehr spröde ist und leicht zerbricht. Dagegen war mechanisches Trennen, Schleifen sowie funkenerosive Bearbeitung, wenn auch mit erhöhtem Zeitaufwand, möglich. Allerdings wurden im Zuge der Vorstudie keine Rissuntersuchungen der bearbeiteten Oberflächen durchgeführt.

Ähnliche Beobachtungen wurden im Zuge der Eigenspannungsmessungen an FG75 gemacht. Insbesondere bei den Bohrlochverfahren konnten die Bohrungen, selbst mit diamantbeschichteten Bohrern, nur mit außerordentlicher Mühe und unter erheblichem Werkzeugverschleiß eingebracht werden.

Im Zuge der Probenfertigung für mechanische Tests (Abschnitt 3) konnte zusätzlich Erfahrung mit der Bearbeitung von pulvermetallurgisch hergestelltem PM75 gesammelt werden. am MPI Düsseldorf wurden Probenrohlinge für mechanische Untersuchungen bei Siemens Power Generation endkonturnah erodiert. Insgesamt standen neun Rohlinge zur Verfügung, die gemäß den Anforderungen des Werkstofflabors von Siemens Power Generation, Mülheim in der Messlänge noch überdreht und überschleifen werden mussten. Im Zuge dieser Nachbearbeitung brachen drei Proben und eine Probe wies einen Riss in der Messlänge auf (Bild 7.1). Obwohl sich das pulvermetallurgisch hergestellte Material besser bearbeiten ließ als gusstechnisch hergestelltes, bestätigt dies die Sprödigkeit der NiAl(Ta,Cr)-Legierung IP75 unabhängig vom Formgebungsverfahren (Feinguss oder Pulvermetallurgie). Dies unterstreicht auch die Forderung nach der near netshape Herstellung von Bauteilen.

Für die ursprünglich geplante Durchführung weiterer mechanischer Tests (um Zeitstandversuche, LCF-Versuche und HCF-Versuche) standen zwei PM-Körper aus PM75 von DPC-Bochum zur Verfügung.

In einem ersten Schritt wurde versucht, unter beträchtlichem Aufwand und unter Bindung erheblicher Werkstattkapazitäten, 12 Proben für Zeitstand- und LCF-Versuche zu fertigen, wobei beide PM-Körper aufgebraucht wurden. Ein repräsentatives Ergebnis der Probenfertigungsbemühungen zeigt Bild 7.2. Hierbei gelang es insgesamt

nur eine einzige Probe (für LCF-Versuche) zu fertigen, alle anderen brachen beim Abdrehen bzw. zeigten deutliche Risse.

Um zumindest für diese eine LCF-Probe die Chancen auf eine erfolgreiche Versuchsdurchführung zu erhöhen, wurden die für spröde Werkstoffe unkritischsten Versuchsbedingungen (hohe Temperatur und geringe Dehnungsamplitude) gewählt. Somit sollte dieser Versuch bei 1050°C mit einem Versuchsziel von 10.000 Lastwechsel durchgeführt werden. Leider brach auch diese Probe beim Einbau (Bild 7.3). Nachfolgende nähere Untersuchungen der Probenoberfläche (Bild 7.4) zeigten zahlreiche Anrisse über nahezu den gesamten Probenumfang sowie etliche Aushebungen auf der Oberfläche.

8 Zusammenfassung

Oxidation und Korrosion:

Die intermetallische NiAl-Ta-Cr-Phase IP 75 weist grundsätzlich sehr gute Oxidations- und Korrosionseigenschaften auf. Liegt jedoch ein zu grobes Gefüge vor, wird die Oxidation und Korrosion bei hohen Temperaturen hauptsächlich von der selektiven Oxidation der Laves-Phase bestimmt (nach innen gerichteter Oxidationsangriff) und die Bildung einer geschlossenen Al_2O_3 -Schicht über die gesamte Oberfläche ist nicht mehr möglich. Diese selektive und teilweise auch katastrophale Oxidation kann insbesondere durch eine Verfeinerung der Laves-Phase vermieden werden. Kleinere oberflächennahe Laves-Phasen Bereiche können dann nämlich infolge der Löslichkeitserhöhung von Ta und Cr durch die oberflächennahe Verarmung an Aluminium aufgelöst werden. Der Verfeinerung der Laves-Phase scheint jedoch Silizium, welches beim industriellen Schmelz- und Gussprozess in das Material gelangt, entgegenzuwirken.

Insbesondere beim Gussmaterial FG75 ergab sich somit keine wesentlich verbesserte Oxidations- und Korrosionsbeständigkeit im Vergleich zu herkömmlichen 12%-Chrom Nickel-Basis-Superlegierungen

Mechanische Kennwerte:

Bei einem Vergleich der Ergebnisse aus Warmzugversuchen von Siemens Power Generation an den Varianten PM75 und FG75 sowie Druckversuchsergebnissen des MPI an FG75 mit der Nickelbasislegierung IN738LC zeichnet sich ein Festigkeitsvorteil der NiAl(Ta,Cr)-Legierung IP75 erst bei sehr hohen Temperaturen ($> 1000^\circ\text{C}$) ab. Die aus Druckversuchen an IP75 gewonnenen Streckgrenzen weisen ähnliche Werte auf wie IN 738 LC. Zugversuche lieferten aufgrund der geringen Duktilität von IP75 bei Temperaturen unterhalb 900°C sehr geringe Zugfestigkeiten mit Bruch der Proben vor dem Erreichen der Streckgrenzen (Faktor 10 geringer als IN 738 LC) ohne erkennbare Bruchdehnung.

Das Zeitstandverhalten der IP75 – Gussvariante scheint bei 900°C und 1000°C nur unwesentlich schlechter als IN 738 LC, während die pulvermetallurgisch hergestellte Variante von IP75 deutlich geringere Werte aufweist (siehe Bericht zu Arbeitspaket A1 des Max-Planck-Institutes für Eisenforschung).

Auf die ursprünglich geplante Ermittlung weiterer mechanischer Kennwerte, wie Zeitstanddaten, LCF- und HCF-Daten musste verzichtet werden, da alle Versuche zur Probenfertigung scheiterten (siehe Abschnitt 7).

Temperaturwechselverhalten:

Die intermetallische NiAl-Ta-Cr-Phase IP75 weist insgesamt eine ungenügende Thermoschockresistenz auf und übersteht z.B. von geforderten 60 Thermoschockzyklen im Abschreckversuch nur einen einzigen Zyklus.

Eine Abkühl -Thermoschockbelastung ist für einen spröden Werkstoff wie NiAl-Ta-Cr (IP75) deshalb kritisch, weil die höchsten Spannungen beim Thermoschock in Bauteilbereichen auftreten, die bereits abgekühlt und damit spröde sind. In den noch heißen Zonen herrschen dagegen instationäre Druckspannungen vor. Duktile Verformung unter Druckspannung im heißen Zustand kann dann zu zusätzlichen Zugspannungen beim Abkühlen führen.

Die Laves-Phase wirkt zudem als Gefügeinhomogenität im spröden Bereich rissauslösend. Die kritische Bedingung für Risswachstum wird zuerst im Bereich der Korngrenzen und Laves-Phasen erreicht. Eine feinere Verteilung der Laves-Phase wäre, zumindest im spröden Bereich, wahrscheinlich günstiger. Typische Schädigungen sind zuerst Mikrorisse an den Korngrenzen und Ausbrechen von Laves-Phasen und später Makrorisse, die transkristall verlaufen.

Physikalische Eigenschaften:

Die elastischen Moduln der intermetallischen NiAl-Ta-Cr-Legierung IP75 liegen in der Größenordnung von IN 738 LC und anderer Nickel-Basis-Legierungen, weisen aber eine geringere Temperaturabhängigkeit, und somit höhere Steifigkeit bei hohen Temperaturen, auf. Der thermische Ausdehnungskoeffizient von IP75 ist, insbesondere bei hohen Temperaturen (ca. 1000°C) um ca. 25% geringer als bei Nickel-Basis-Legierungen. Noch deutlichere Unterschiede ergeben sich bei der thermischen Leitfähigkeit, welche bei IP75 um einen Faktor von ca. 4 höher ist als bei IN 738 LC, während die spezifische Wärmekapazitäten gleiche Größenordnungen aufweist wie herkömmliche Nickellegierungen.

Eigenspannungen:

Eigenspannungsmessungen an einem gegossenen Hitzeschild aus der intermetallischen Phase FG75 ergaben teilweise Gusseigenspannungen von größer 500 MPa. Ohne aufwendige Wärmebehandlungen zum Abbau dieser Eigenspannungen ist bei einem so spröden Werkstoff insbesondere bei zyklischen Belastungen (LCF, HCF) und bei Temperaturwechselbelastungen mit einer ausgeprägten Rissneigung zu rechnen.

Bearbeitung:

Bearbeitbarkeitstest an IP75 ergaben, dass herkömmliches Bohren, Drehen und Trennen nahezu unmöglich ist. Schleifen und funkenerosive Bearbeitung kann unter deutlich erhöhtem Zeitaufwand durchgeführt werden.

Bis auf die endkonturnahe EDM-Bearbeitung schlugen fast alle Bemühungen zur Probenfertigung bzw. Probenbearbeitung fehl.

Zusammenfassend muss festgehalten werden, dass die intermetallische Legierung IP75 nur mit erheblichem finanziellen und technischen Aufwand bei gleichzeitig sehr hoher Ausschussquote bearbeitbar ist. Unter wirtschaftlichen Gesichtspunkten muss der Werkstoff daher als nicht bearbeitbar eingestuft werden. Aus diesen Gründen wurden alle weiteren Probenfertigungen und somit auch die mechanische Werkstoffdatenermittlung eingestellt.

9 Literatur

- [1] Hermann, W., Paul, U., Palm, M., Sauthoff, G., Rablbauer, R., Frommeyer, G., Rothe, H., Scheppe, F., Sahm, P.R., Preuhs, J.: Intermetallische NiAl - Komponenten für Systeme zur umweltfreundlichen Energiewandlung; In: A. Kranzmann, U. Gramberg (Hrsg.), *Werkstoffwoche '98*, Wiley-VCH, Weinheim, (1999) 43-48.
- [2] Palm, M., Sauthoff, G.: Werkstoffcharakterisierung und –optimierung von NiAl-Ta-Cr-Legierungen für Anwendungen im Gasturbinenbau; In: R. Kopp, P. Beiss, K. Herfurth, D. Böhme, R. Bormann, E. Arzt, H. Riedel (Hrsg.), *Werkstoffwoche '98 – Band IV, Symposium 8: Metalle*, Wiley-VCH, Weinheim, (1999) 503-508.
- [3] Palm, M., Sauthoff, G.: Characterization and processing of an advanced intermetallic NiAl-base alloy for high-temperature applications; In: K.J. Hemker, D.M. Dimiduk, H. Clemens, R. Darolia, H. Inui, J.M. Larsen, V.K. Sikka (Hrsg.), *Struktural Intermetallics 2001 – ISSI3*, TMS, Warrendale, (2001) 149– 56.
- [4] Scheppe, F.: Feingusstechnik für NiAl-Basis-Legierungen, Dissertation, RWTH-Aachen, Gießerei-Institut: Forschung, Entwicklung, Ergebnisse, Band 27, Shaker Verlag, Aachen 2001.
- [5] Palm, M., Sauthoff, G.: Long-term creep and oxidation behavior of a Laves phase strengthened NiAl-Ta-Cr alloy for gas turbine applications; In J.H. Schneibel, K.J. Hemker, R.D. Noebe, S. Hanada, G. Sauthoff (Hrsg.), *High-Temperature Ordered Intermetallic Alloys IX*, MRS, (2001) N6.8.1-N6.8.6.
- [6] Rablbauer, R., Frommeyer, G., Schäfer, H.J.: Strukturen und Eigenschaften von NiAl- α (Cr, Mo, Re) – Legierungen für den Hochtemperatureinsatz, In: A. Kranzmann, U. Gramberg (Hrsg.), *Werkstoffwoche '98*, Wiley-VCH, Weinheim, (1999) 55-60.
- [7] Brumm, M.W., Grabke, H.J.: The oxidation behaviour of NiAl – I. Phase transformations in the alumina scale during oxidation of NiAl and NiAl-Cr alloys; *Corrosion Science*, **33** (1992) 1677-1690.
- [8] Doychak, J.: Oxidation behavior of high-temperature intermetallics; In: J.H. Westbrook, R.L. Fleischer (Hrsg.), *Intermetallic Compounds, Vol. 1: Principles*, Wiley, Chichester (1995) 977-1016.
- [9] Yu, K.O.: Investment casting of NiAl single-crystal alloys; *Journal of Materials*, **45** (5) (1993) 49-51.
- [10] Schneider, K., Bauer, R., Grünling, H.W.: Corrosion and failure mechanisms of coatings for gas turbine applications; *Thin Solid Films*, **54** (1978) 359-367.
- [11] **Bürgel, R.: Handbuch Hochtemperatur-Werkstofftechnik, Vieweg, Braunschweig/Wiesbaden, 2001.**

Anlagen

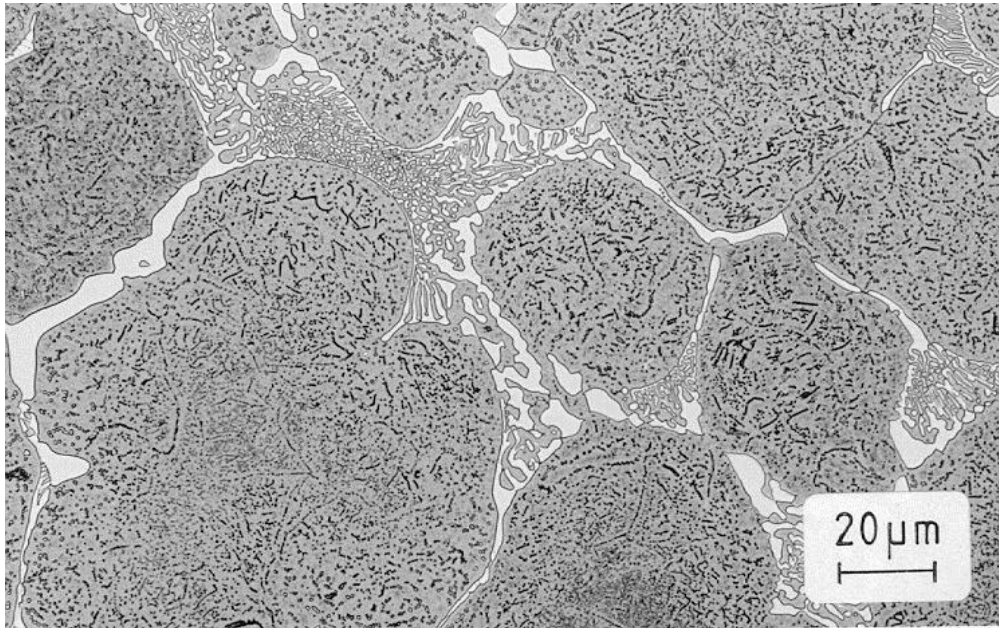


Bild 1.1: Typisches Gefüge der NiAl-Ta-Cr intermetallischen Phase FG75 (graue Matrix: NiAl, helle Ausscheidungen: Laves-Phase).

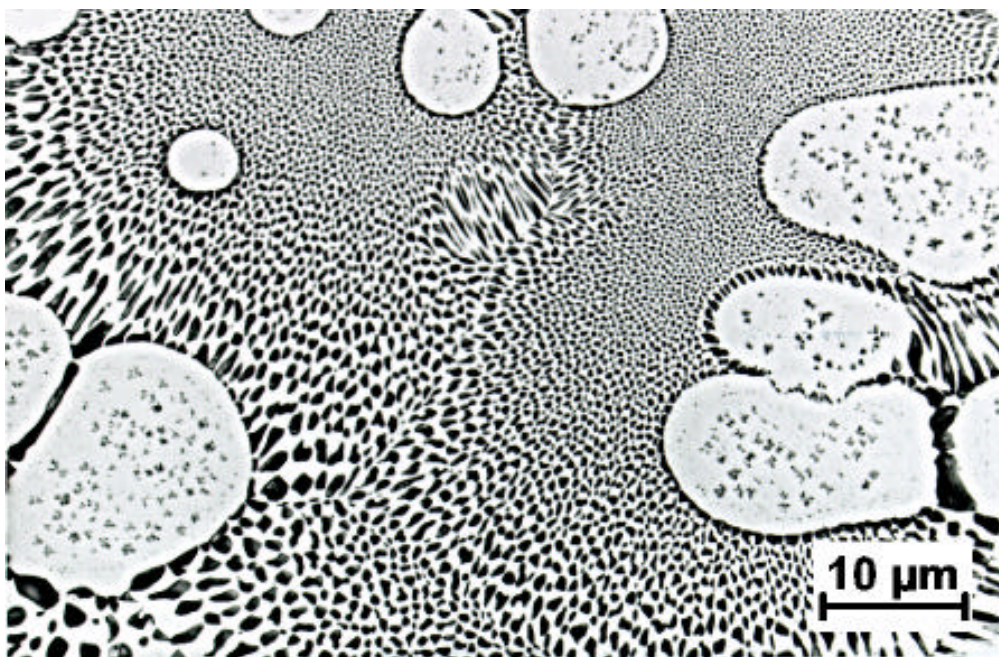


Bild 1.2: Typisches Gefüge der NiAlCr-27 intermetallischen Phase IP27 (helle Bereiche: Primärkörner aus NiAl mit eingelagerten Cr-Ausscheidungen; „gefleckte“ Bereiche: zelluläre eutektische Matrix NiAl+Cr / Cr+NiAl).

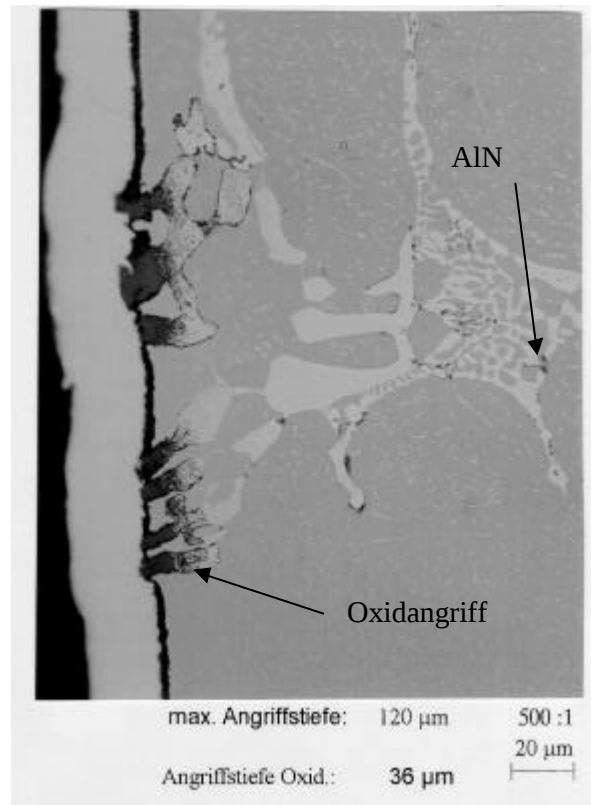


Bild 2.1.1: Lichtmikroskopischer Oxidationsbefund von FG75-DPC nach 1000h bei 900°C. Es wird unterschieden zwischen vorlaufender Oxidation und der Bildung von AlN-Ausscheidungen.

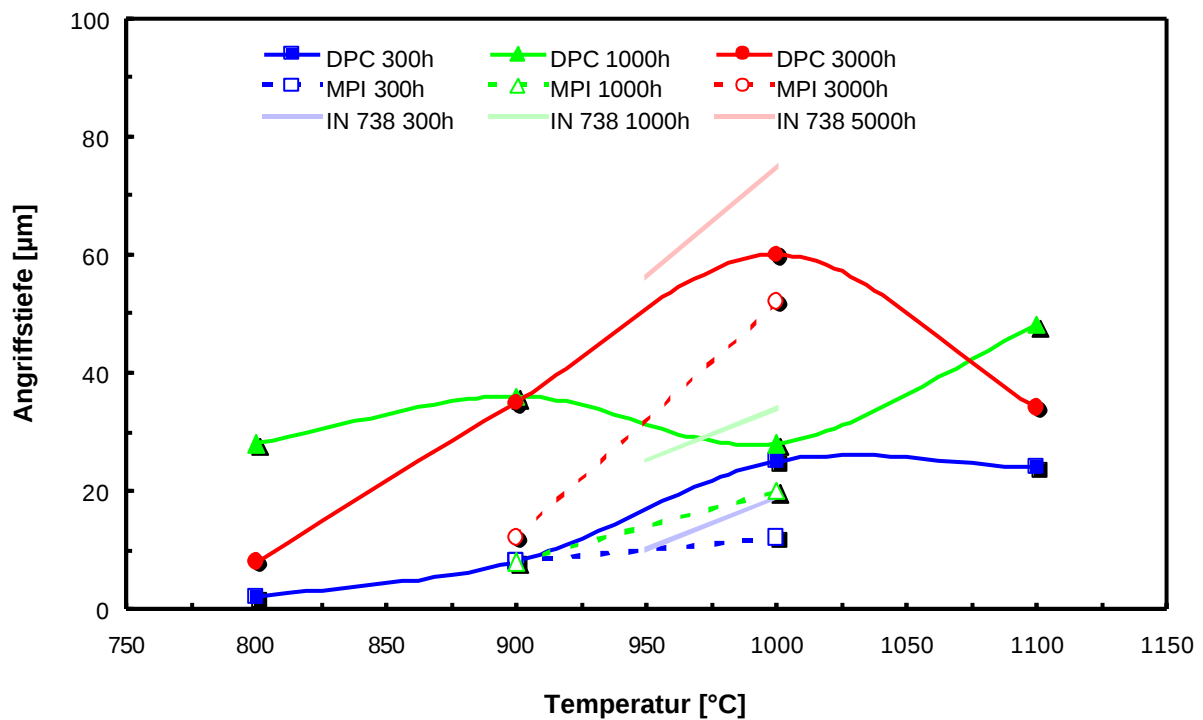


Bild 2.1.2: Statische Oxidationsversuche an FG75-DPC, FG75-MPI und IN738LC.

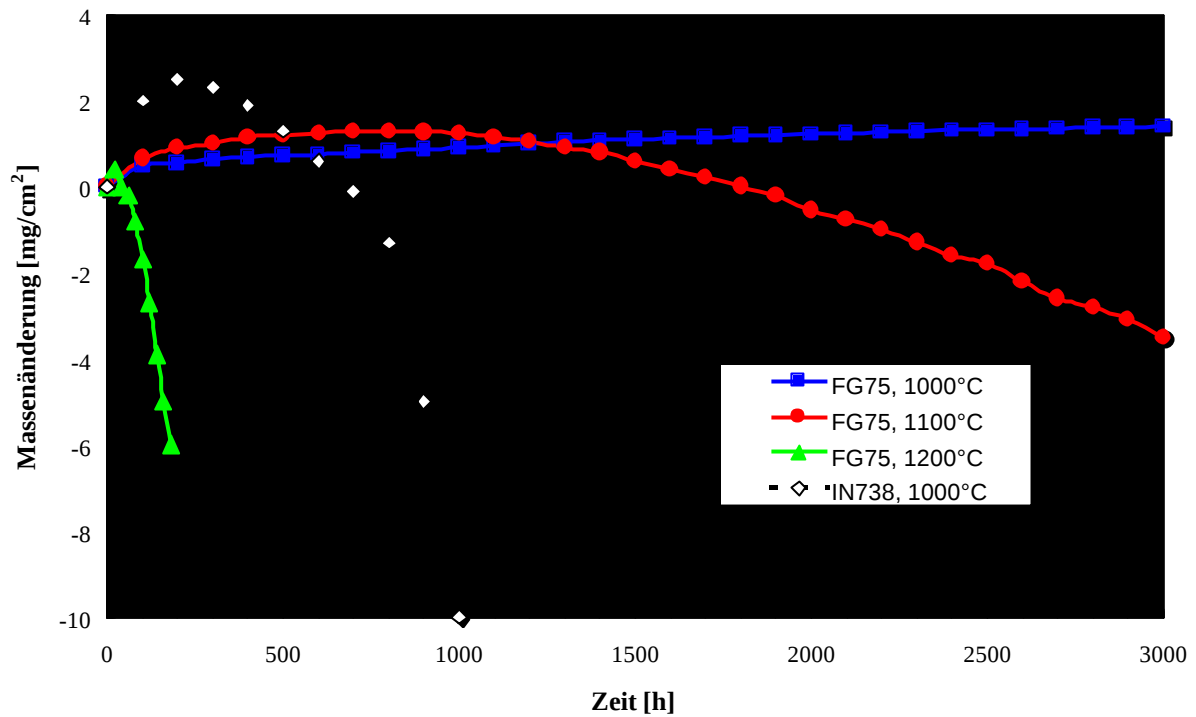


Bild 2.2.1: Zyklische Oxidationsversuche an FG75 und IN738LC.

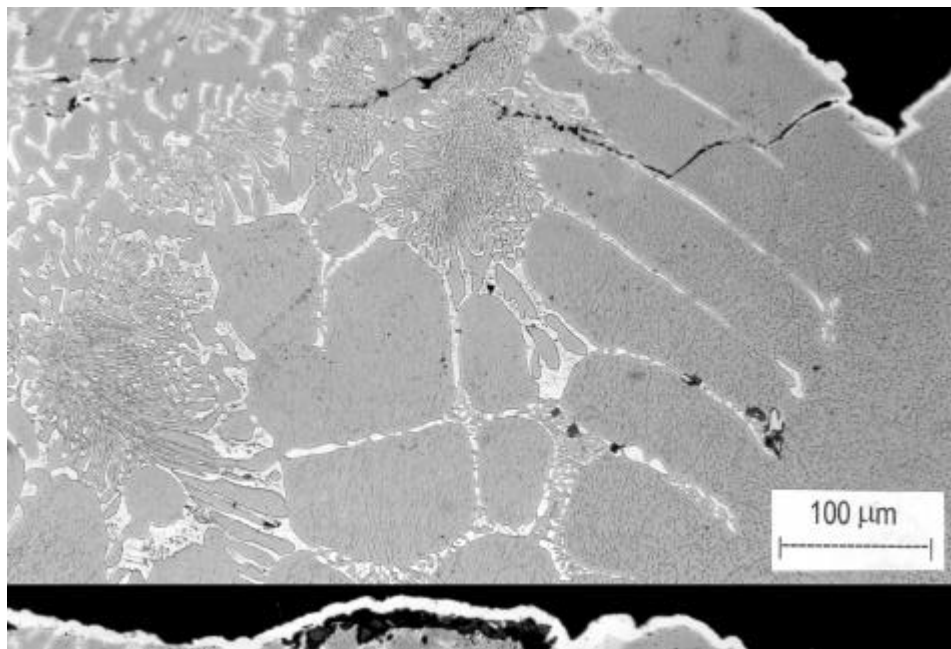


Bild 2.2.2: Zyklische Oxidation von FG75 mit bevorzugter Oxidation der Laves-Phase und dem Ausbrechen ganzer Körner.

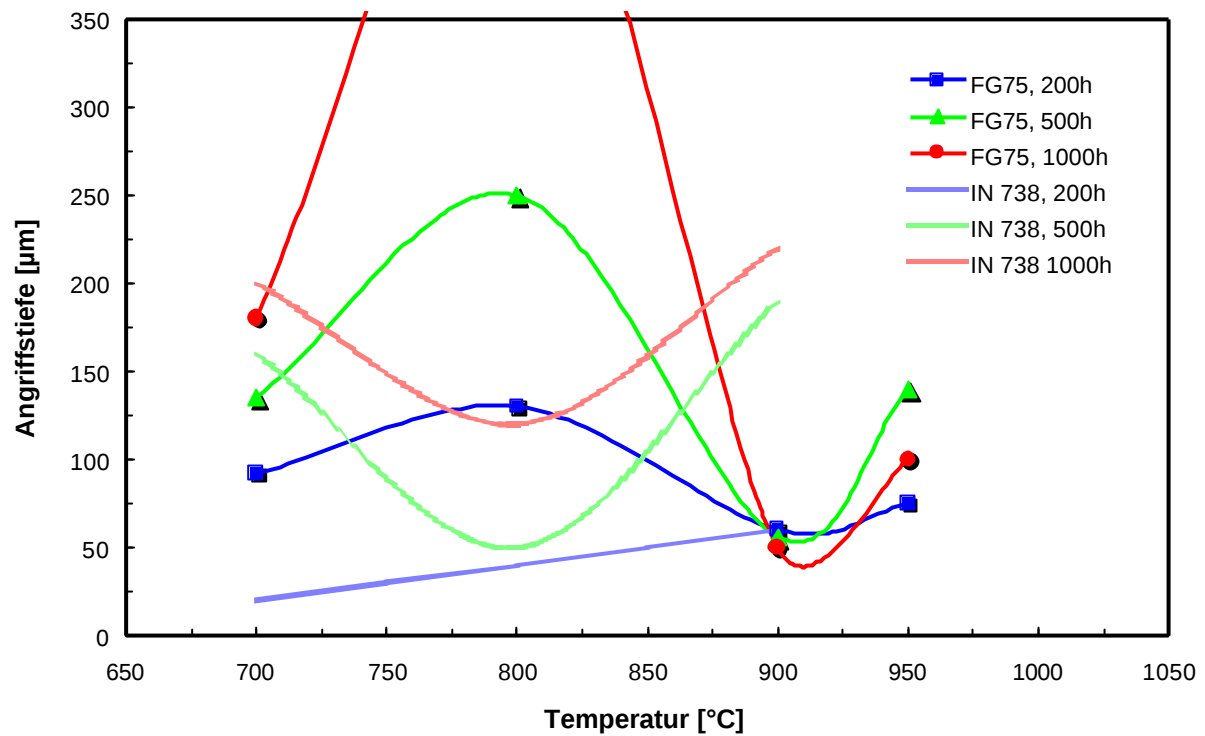


Bild 2.3.1: Zyklische Oxidationsversuche an FG75 und IN738LC.

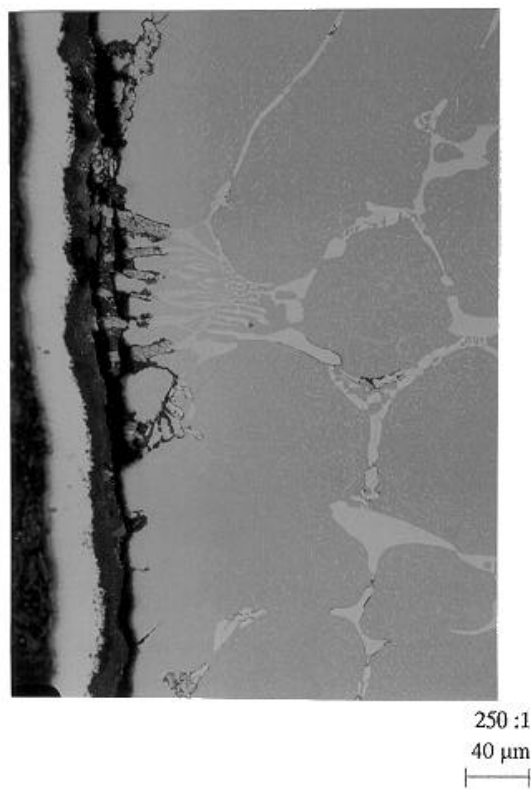


Bild 2.3.2: Lichtmikroskopischer Korrosionsbefund von FG75 nach 1000h bei 900°C.

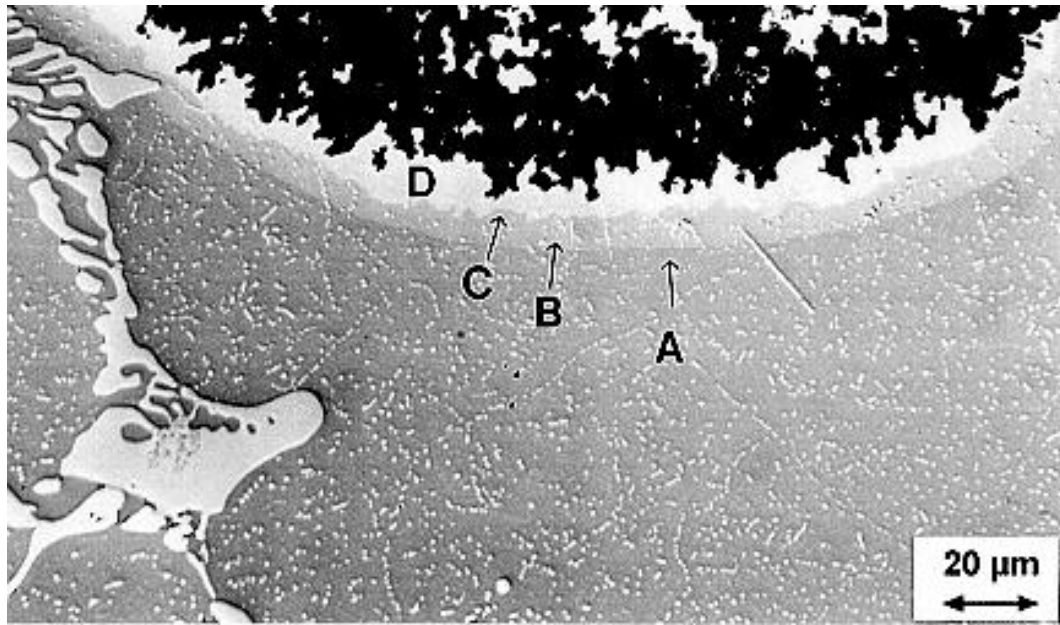


Bild 2.3.3: Lichtmikroskopischer Korrosionsbefund von FG75 mit zweistufiger Metallrandzone (A: Matrix; Zone 1: von B nach C nimmt Al-Konzentration um ca. 7 Massen-% ab; Zone 2: bei D kein Konzentrationsgradient mehr, entspricht Zusammensetzung von Ni₃Al).

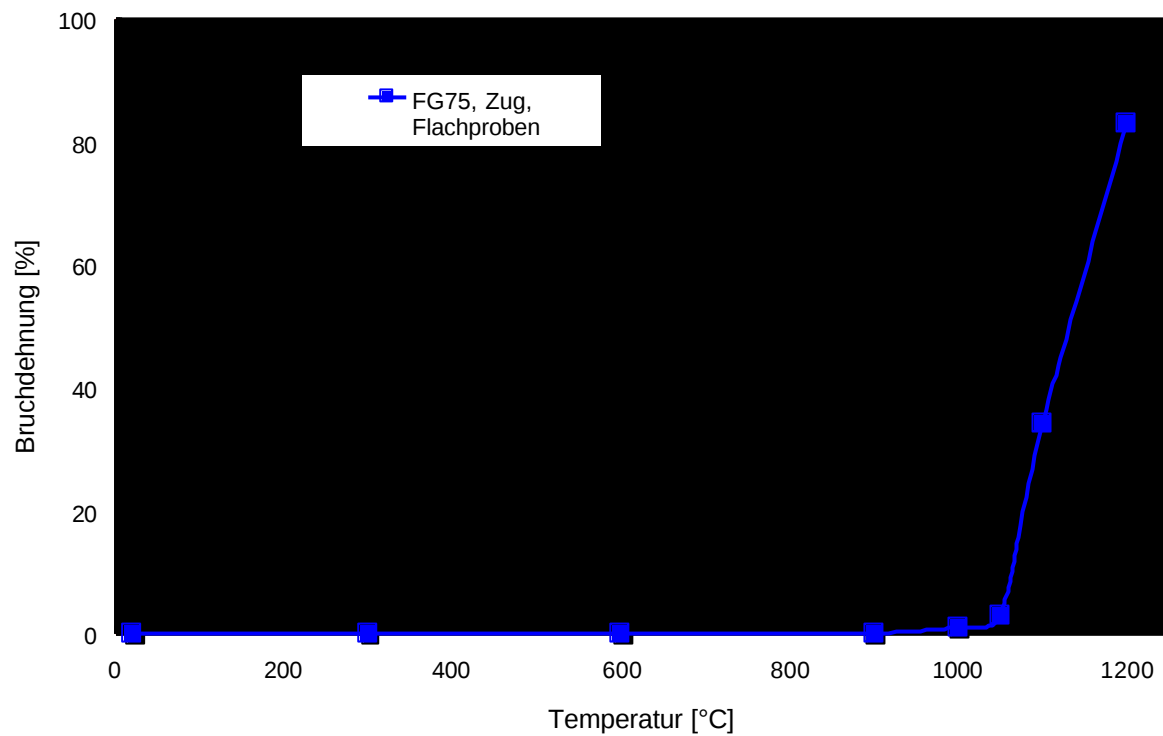


Bild 3.1.1: Bruchdehnung von **FG75** als Funktion der Temperatur.

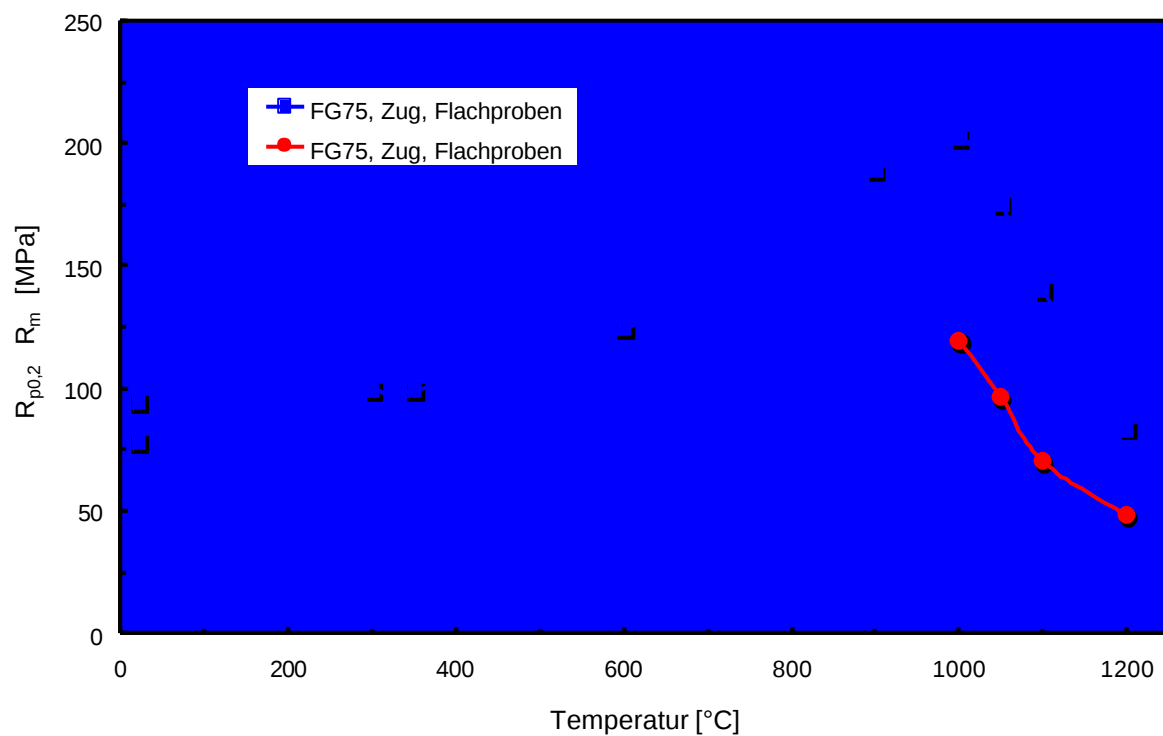


Bild 3.1.2: Dehngrenze und Zugfestigkeit von **FG75** als Funktion der Temperatur

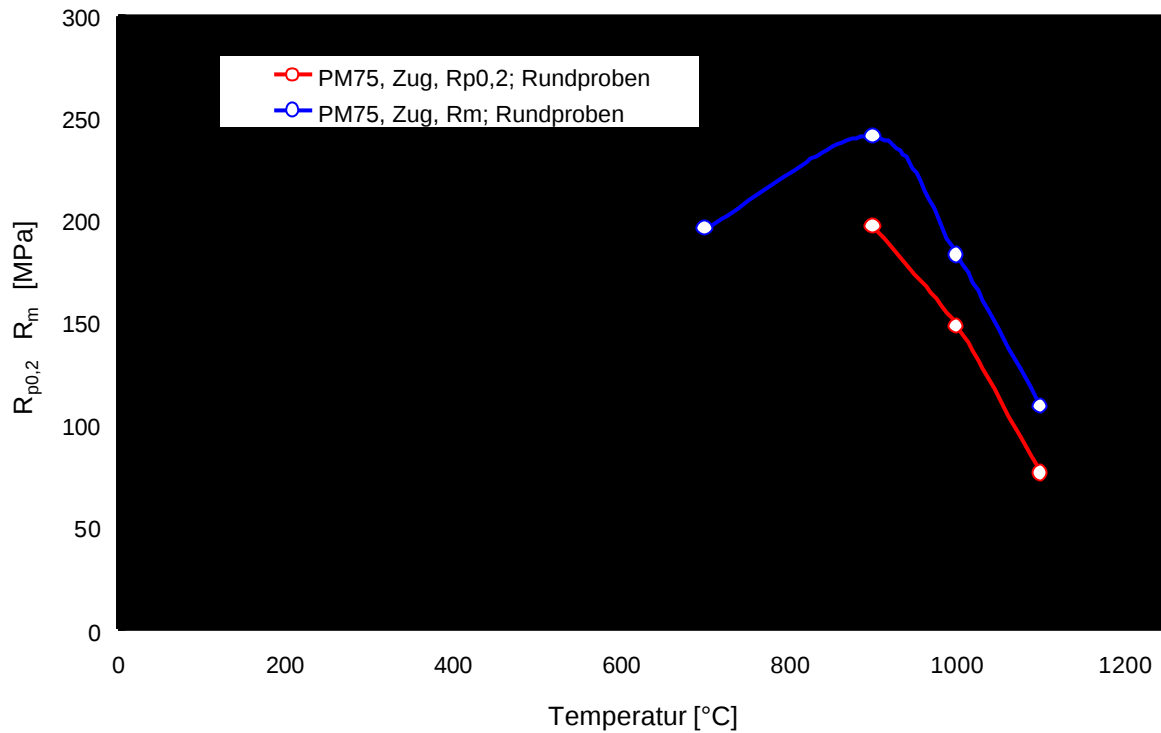


Bild 3.1.3: Dehngrenze und Zugfestigkeit von **PM75** als Funktion der Temperatur

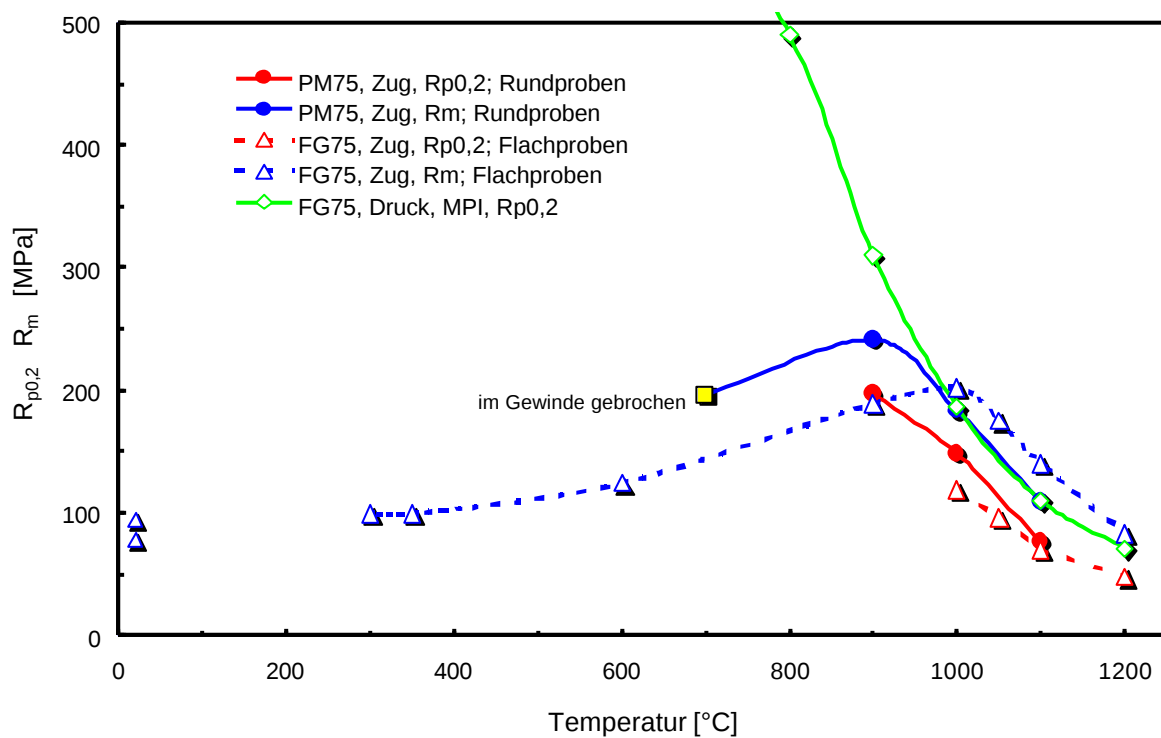


Bild 3.1.4: Fließgrenze ($R_{p0,2}$) und Zugfestigkeit (R_m) von **PM75** (Rundproben); **FG75** (Flachproben) und **FG75** (Druckversuch, MPI).

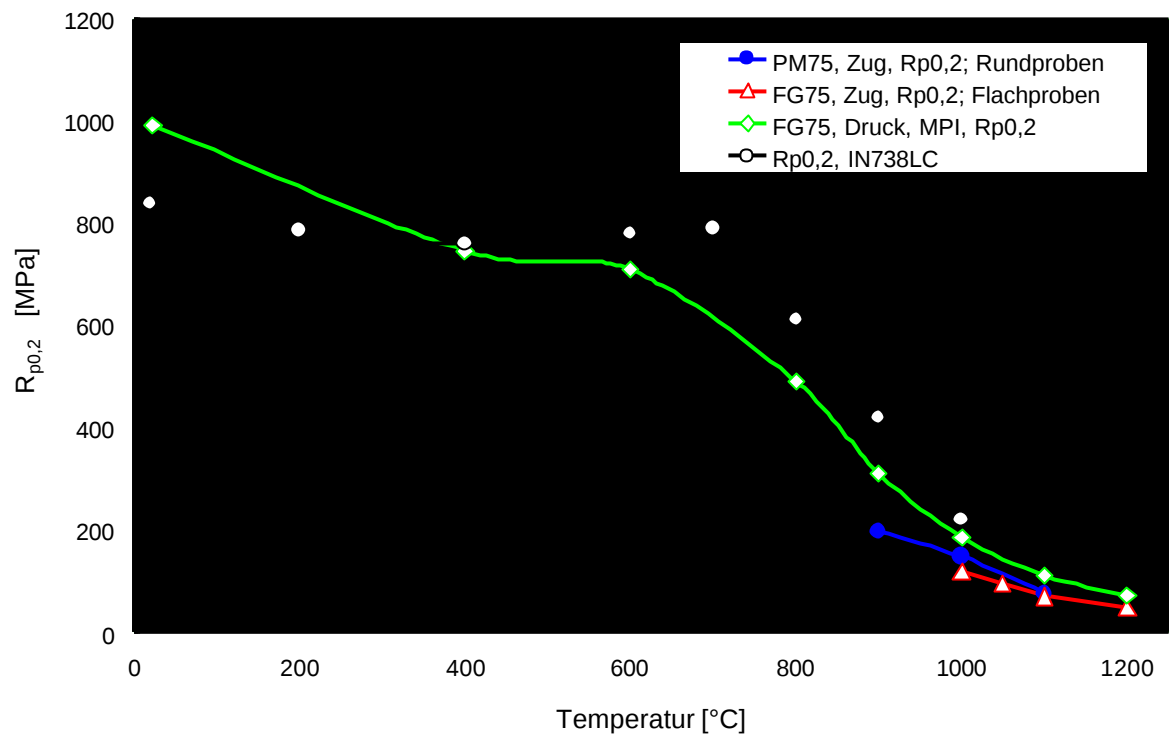


Bild 3.1.5: Fließgrenze ($R_{p0,2}$) von PM75 und FG75 im Vergleich zur Nickelbasislegierung IN738LC.

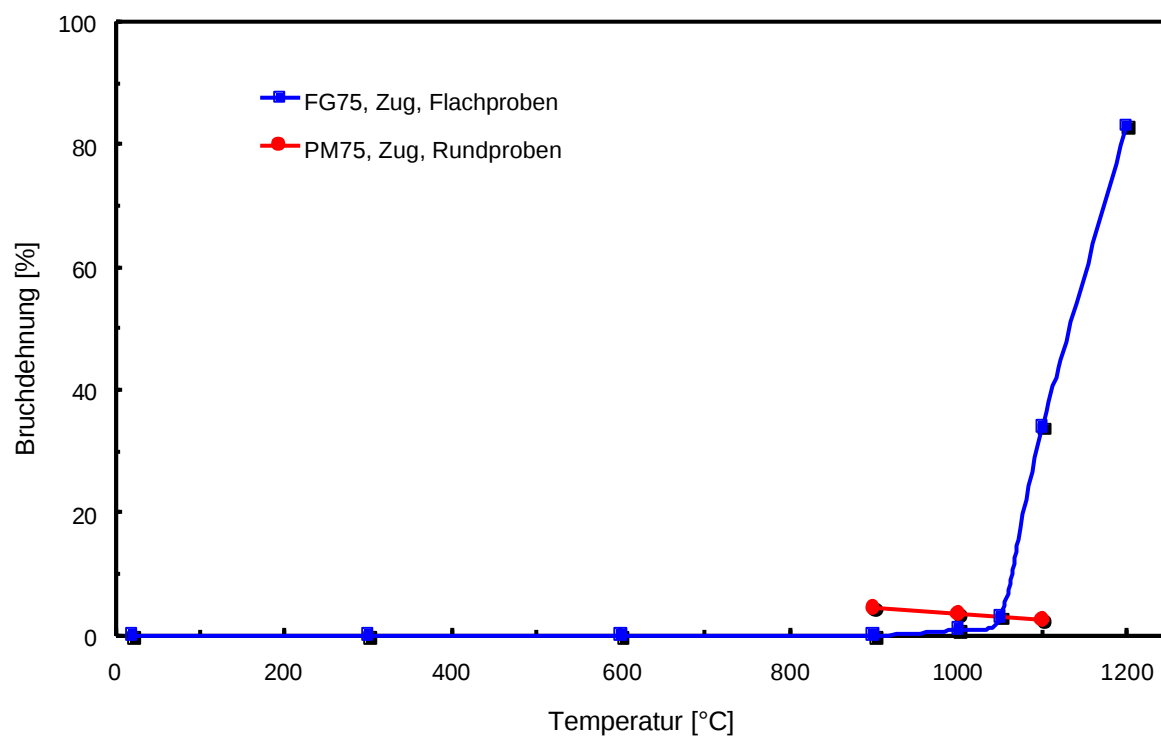


Bild 3.1.6: Bruchdehnung von PM75 und FG75.

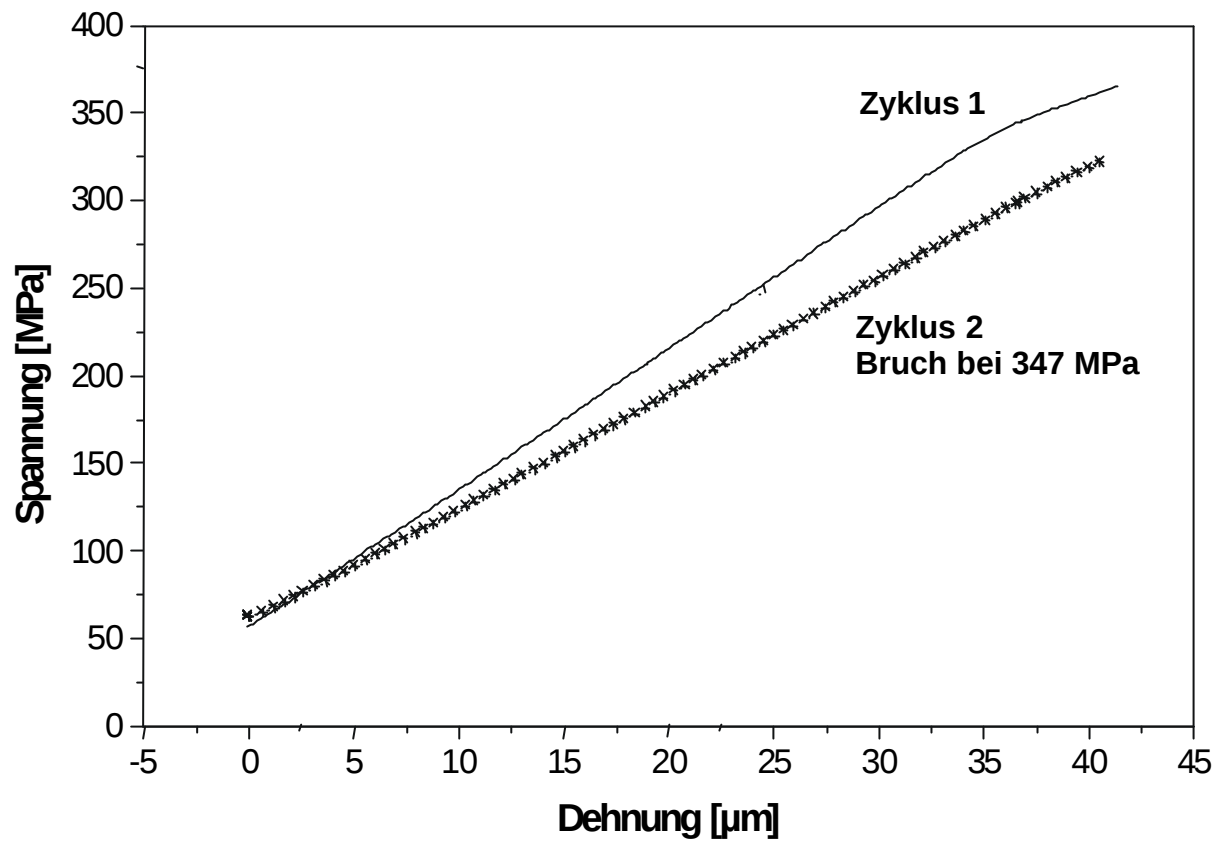


Bild 3.2.1: Spannungs-Dehnungs-Kurve von IP27 aus 4-Punkt-Biegeversuch.

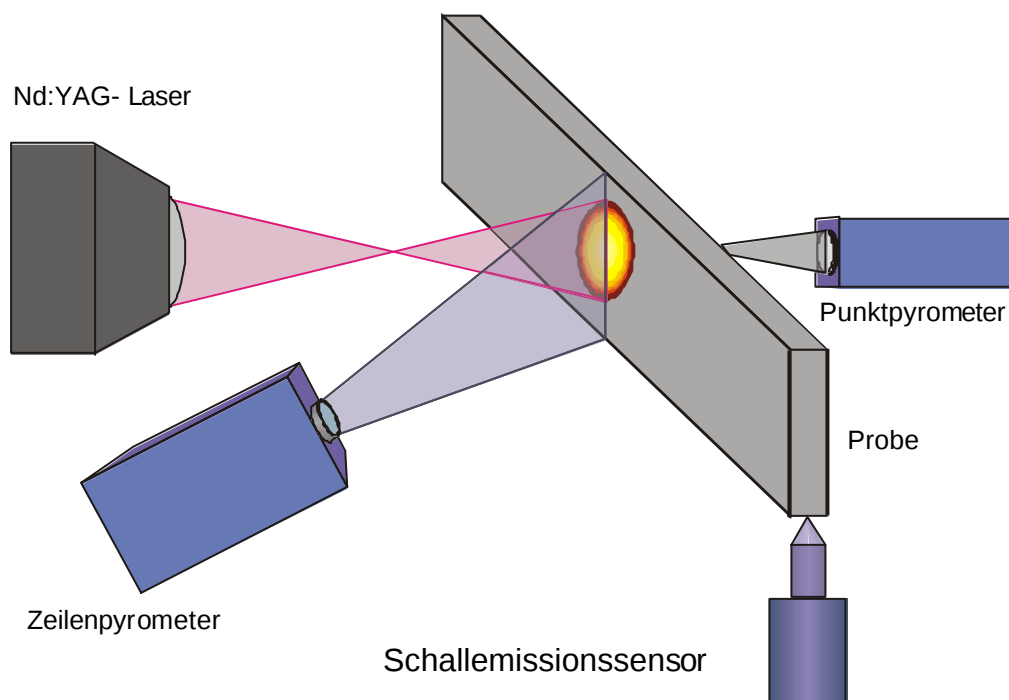


Bild 4.1.1: Versuchsaufbau für die Laser-Thermoschockmessung.

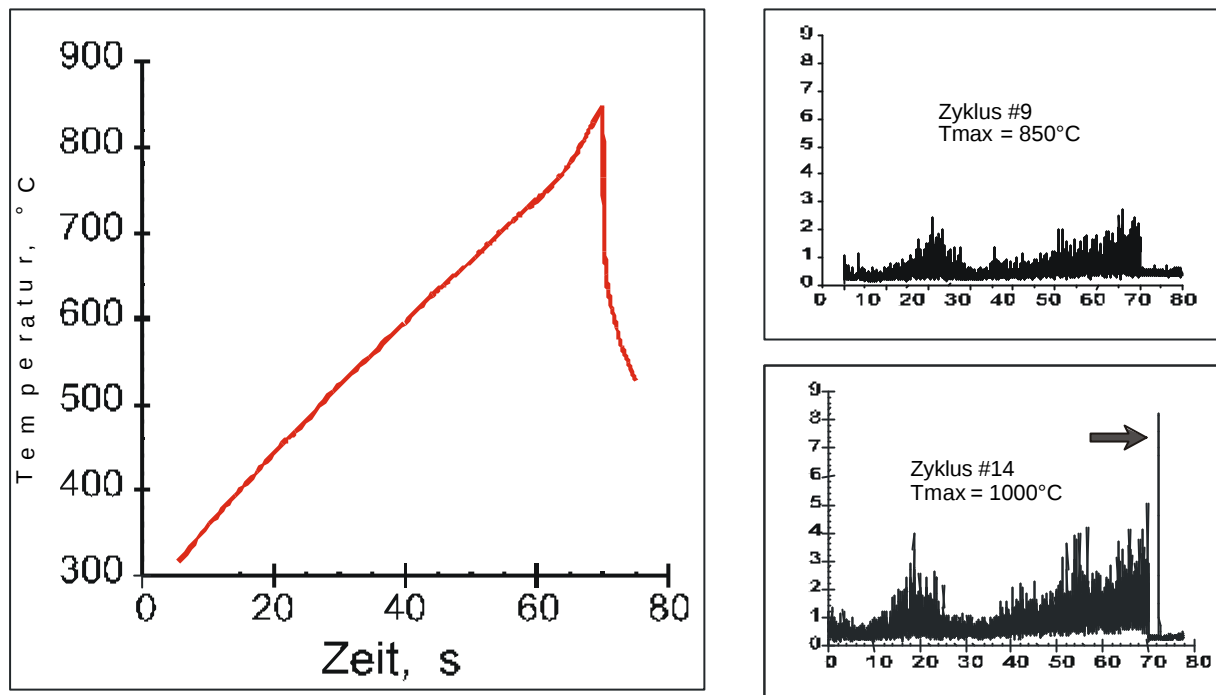


Bild 4.1.2: Links: Temperaturkurve im Brennfleck während Aufheizung und Abkühlung. Rechts: Schallemissionssignale während zweier Aufheiz- und Abkühlzyklen.

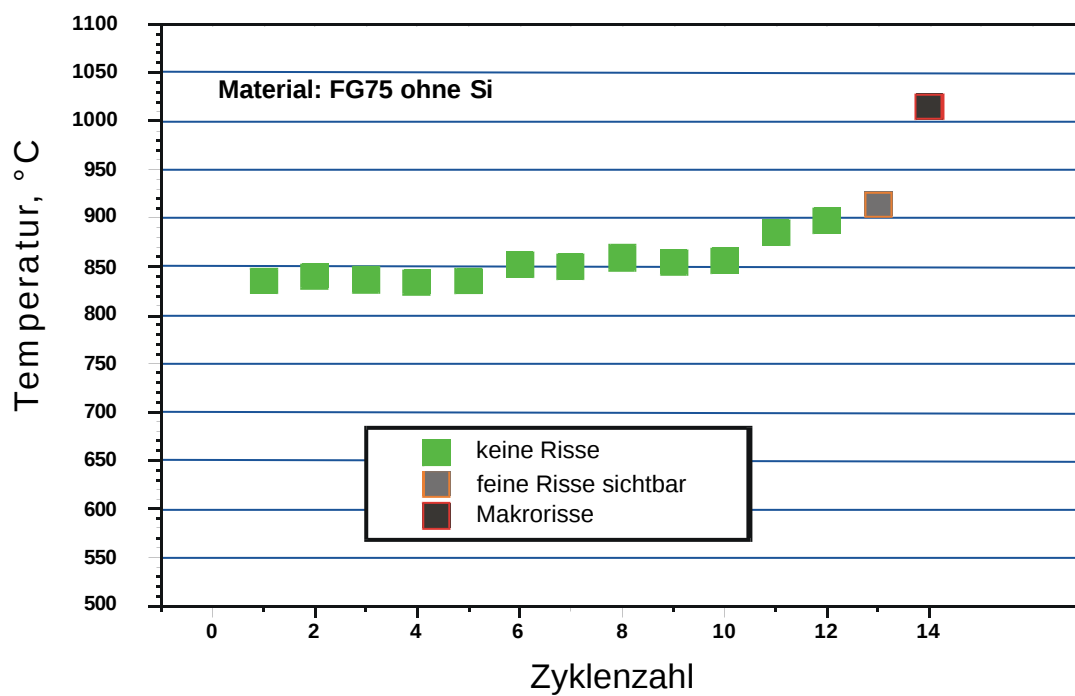


Bild 4.1.1.1: Rissbildung nach Thermoschockprüfung an FG75-MPI in Abhängigkeit von Temperatur und Zykluszahl

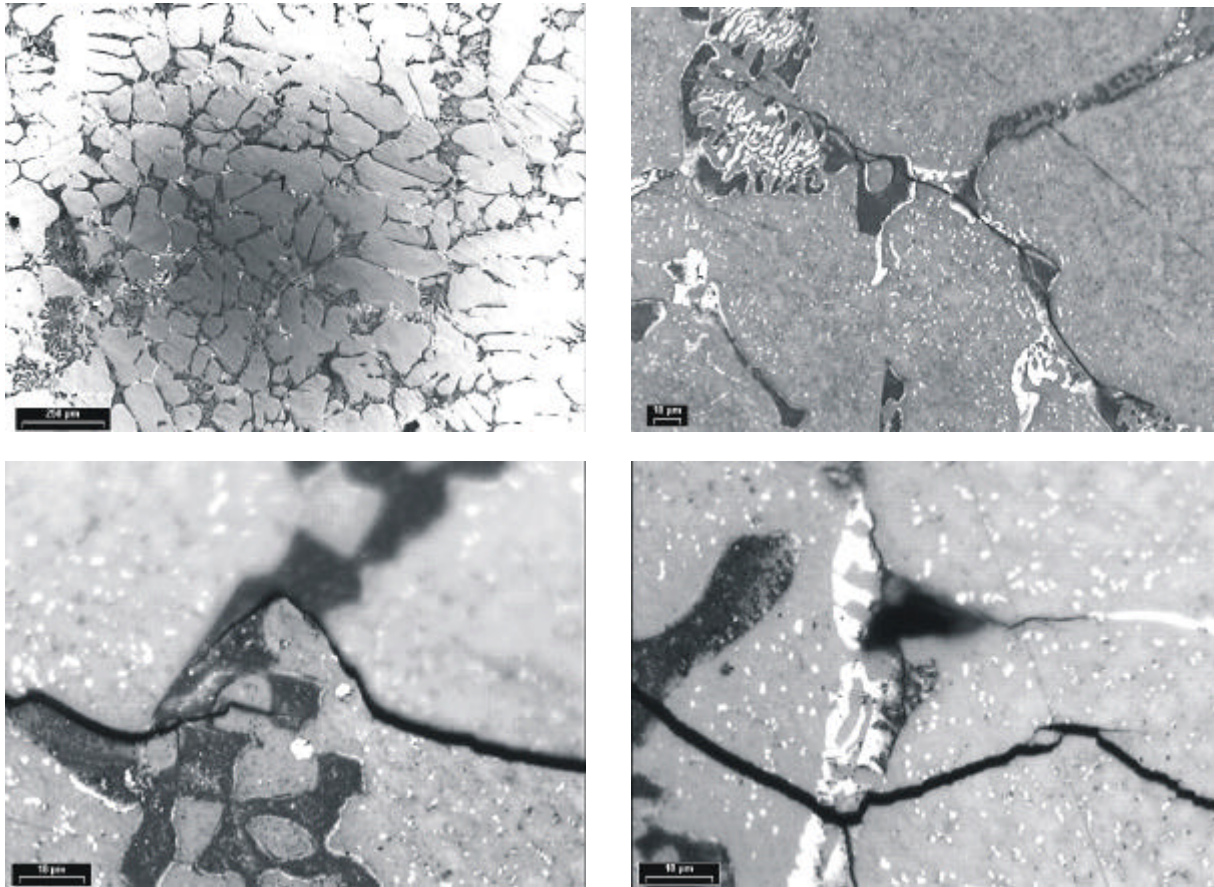


Bild 4.1.1.2: Mikrostrukturelle Befunde an FG75-MPI nach Thermoschockprüfung.

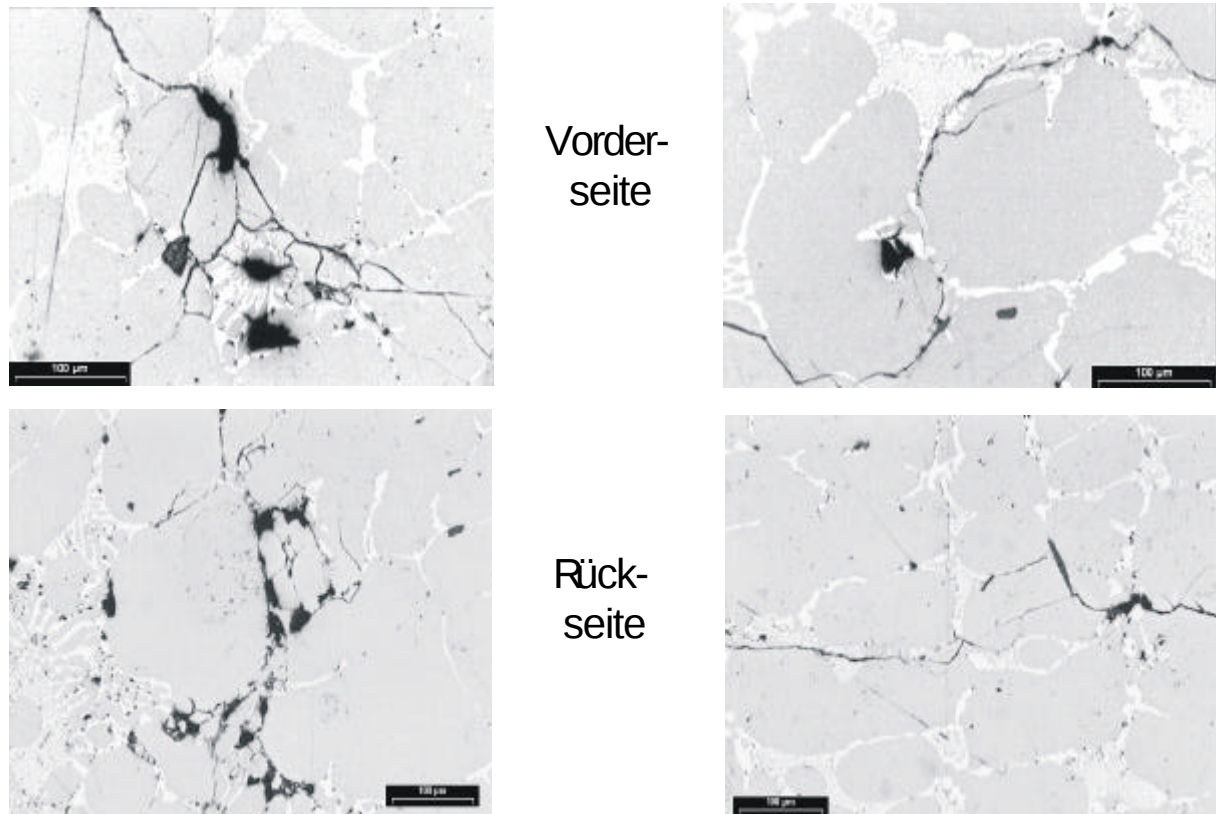


Bild 4.1.1.3: Mikrostrukturelle Befunde an FG75-DPC nach Thermoschockprüfung.

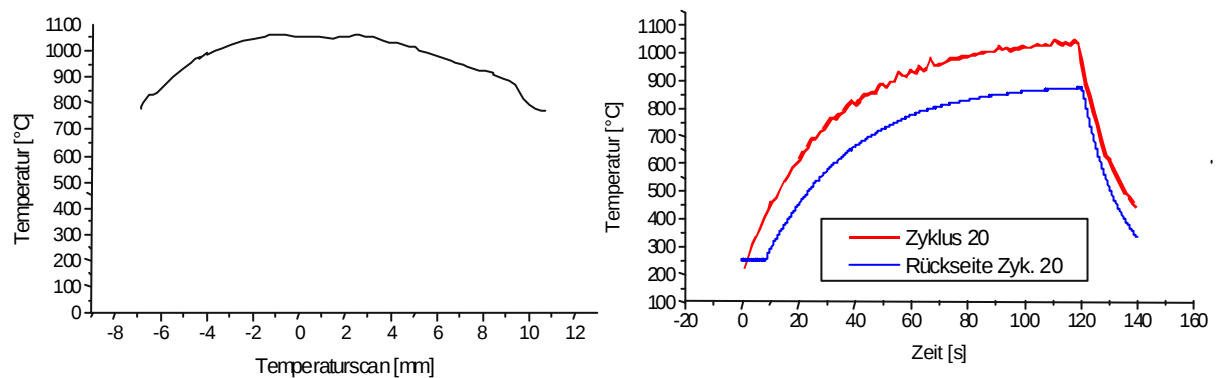


Bild 4.1.2.1: Thermoschockbelastungsart 1: Laterales Temperaturprofil nach 120 s Bestrahlungszeit (links) und Temperaturverteilung im Brennfleckzentrum (rechts).

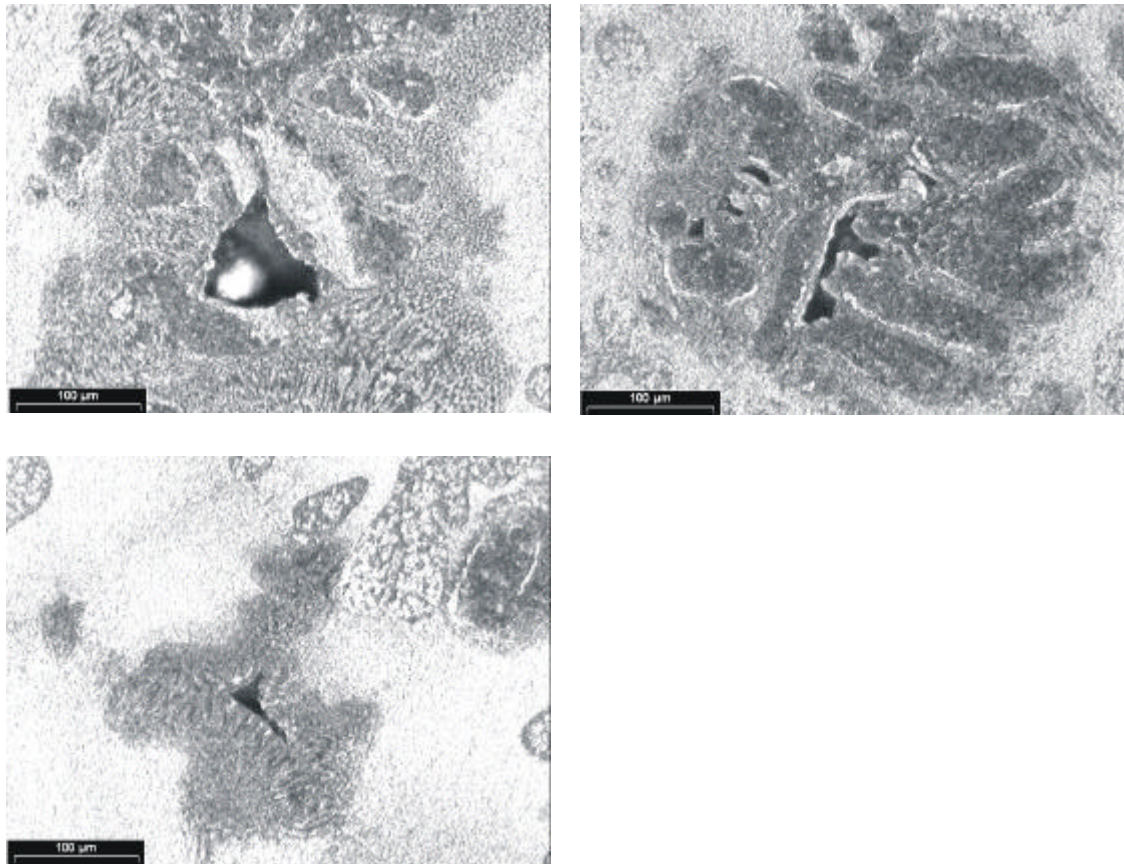


Bild 4.1.2.2: Thermoschockbelastungsart 1: Fraktographische Befunde mit Ausbrüchen an Grenzen und Tripelpunkten der eutektischen Zellen.

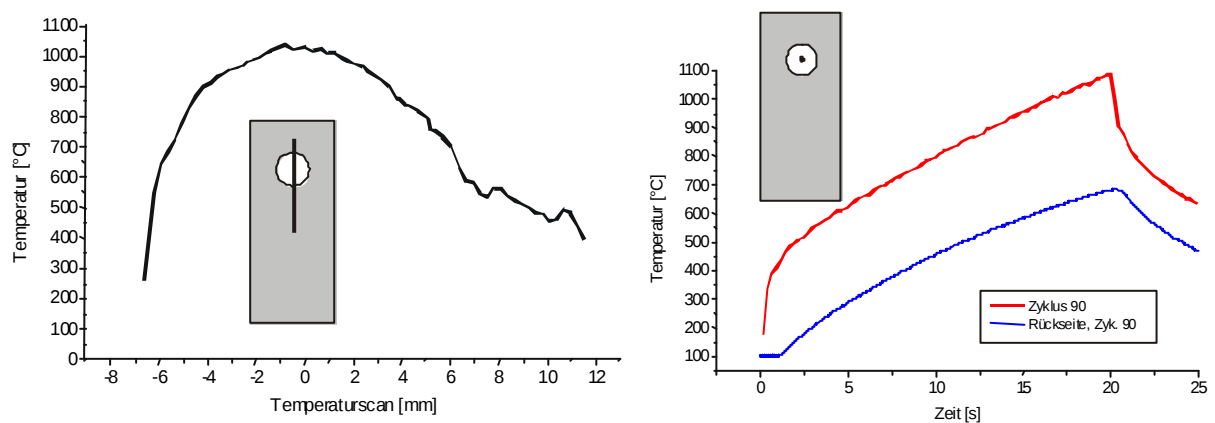


Bild 4.1.2.3: Thermoschockbelastungsart 2: Laterales Temperaturprofil nach 20 s Bestrahlungszeit (links) und Temperaturverteilung im Brennfleckzentrum (rechts).

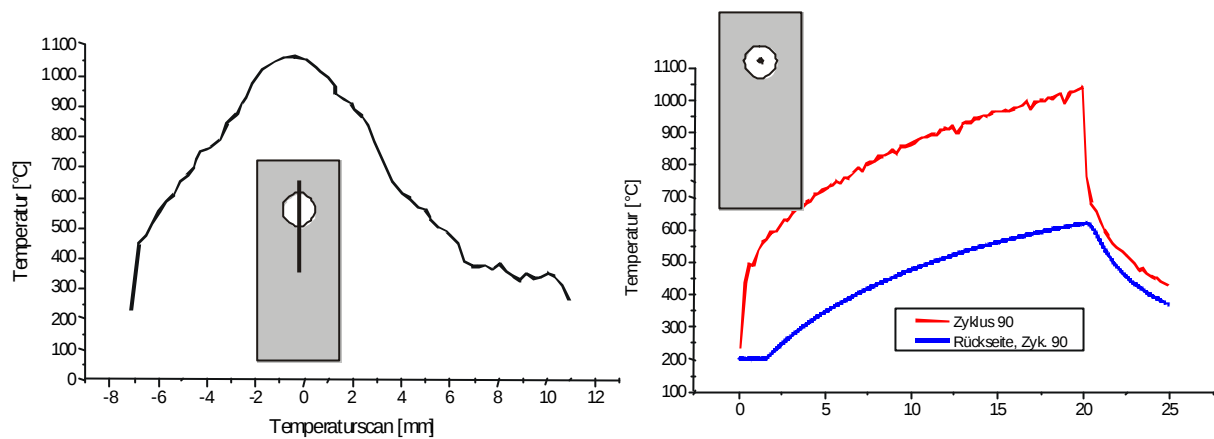


Bild 4.1.2.4: Thermoschockbelastungsart 3: Laterales Temperaturprofil nach 20 s Bestrahlungszeit und Dauerkühlung (links) und Temperaturverteilung im Brennfleckzentrum.

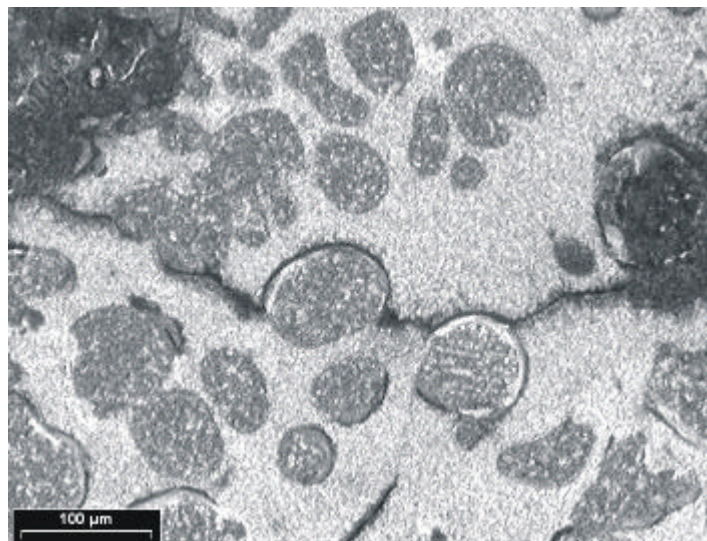


Bild 4.1.2.5: Thermoschockbelastungsart 2: Fraktographische Befunde.

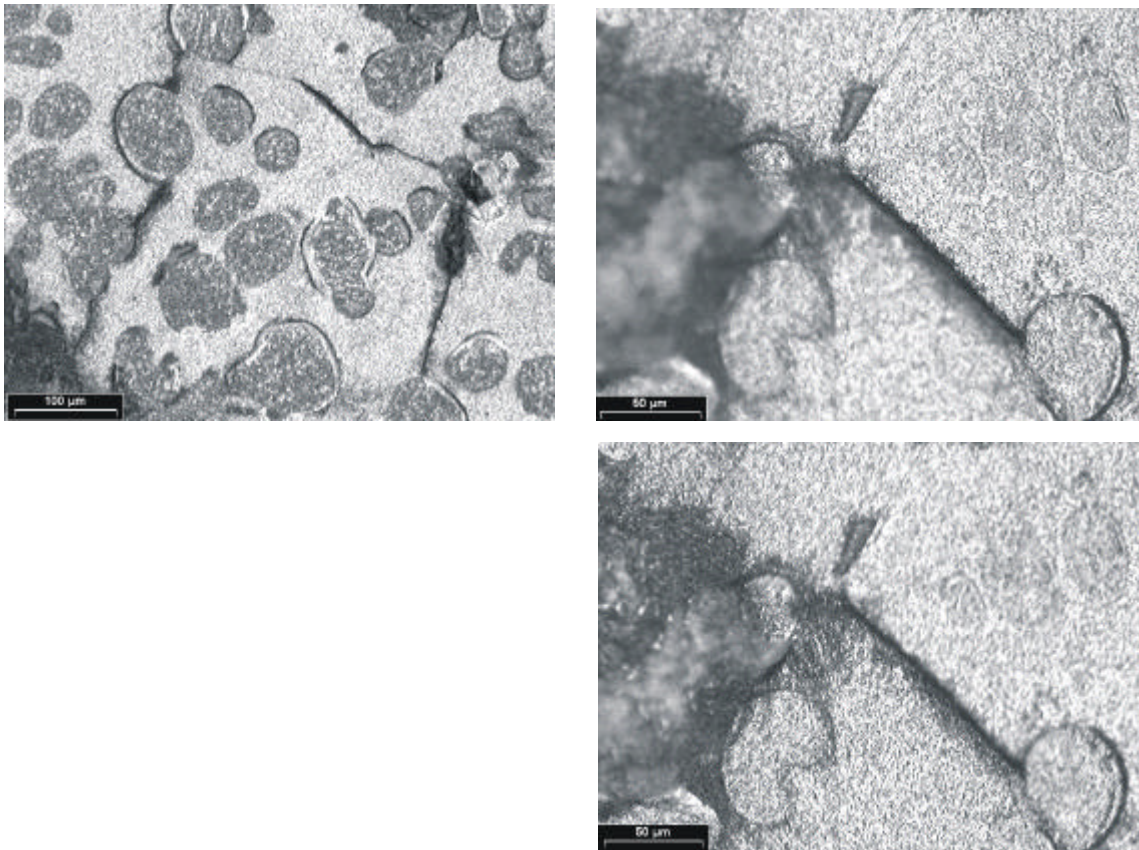


Bild 4.1.2.6: Thermoschockbelastungsart 3: Fraktographische Befunde. Kurze Risse im Eutektikum (links). Stufenförmige Verformung in der Umgebung eines Risses (rechts).

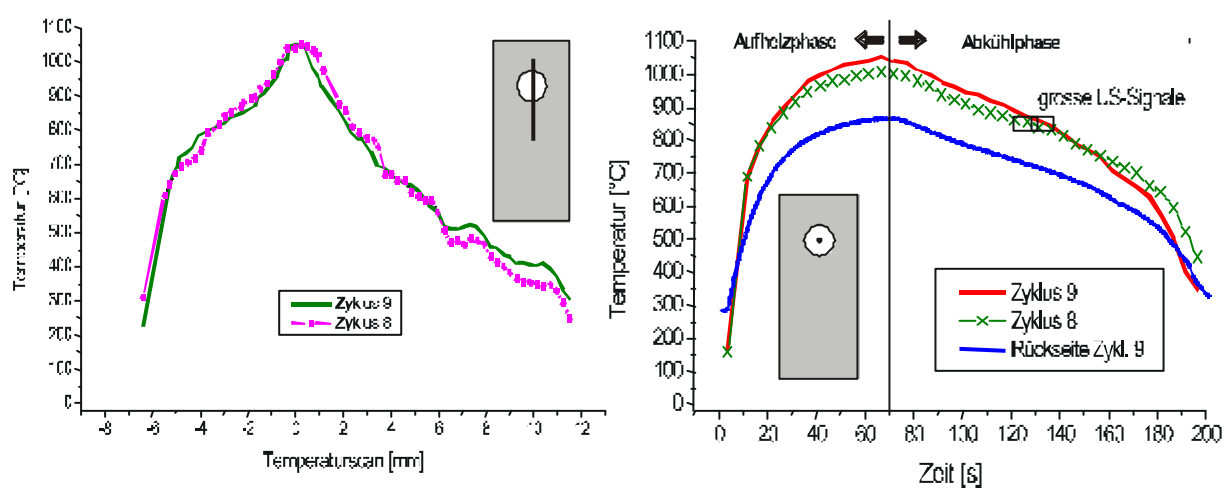


Bild 4.1.2.7: Thermoschockbelastungsart 4: Laterales Temperaturprofil während Zyklus 8 und 9 (links) und Temperaturverteilung im Brennfleckzentrum (rechts).

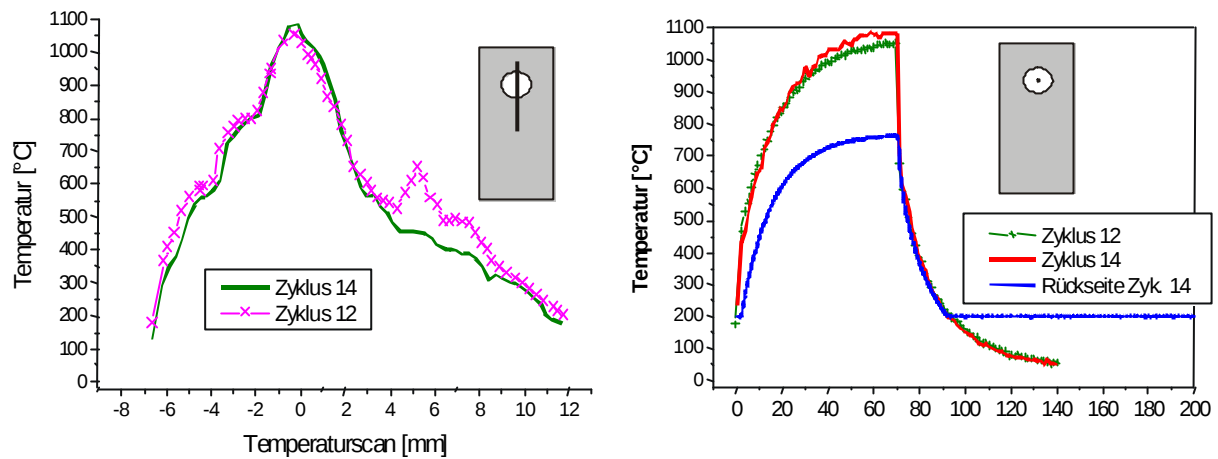


Bild 4.1.2.8: Thermoschockbelastungsart 5: Laterales Temperaturprofil während Zyklus 12 und 14 (links) und Temperaturverteilung im Brennfleckzentrum (rechts).

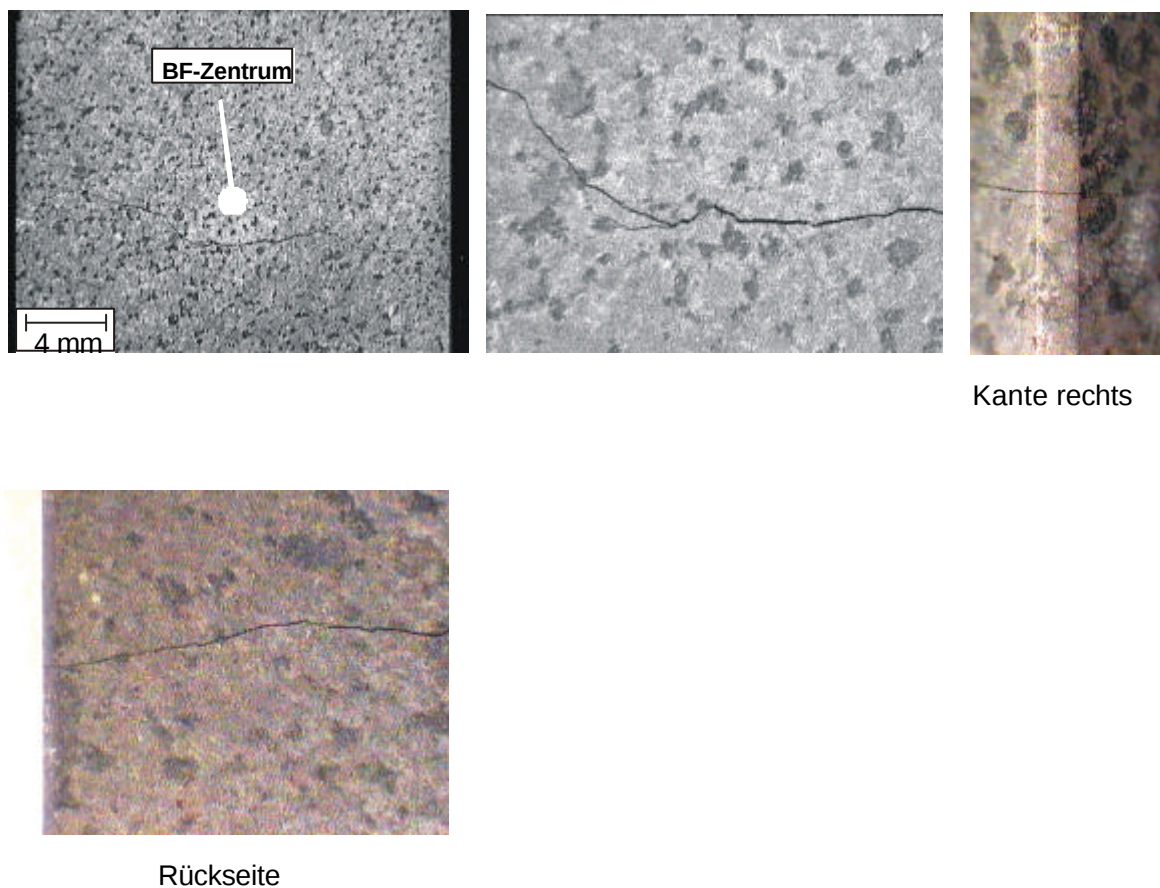
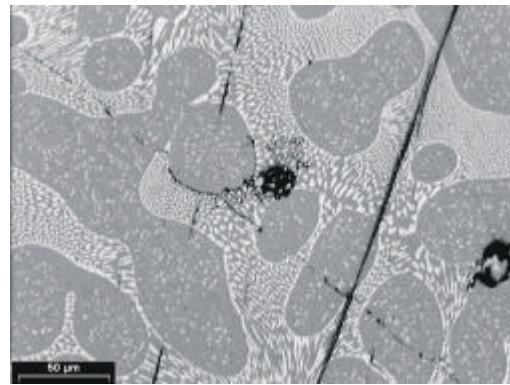
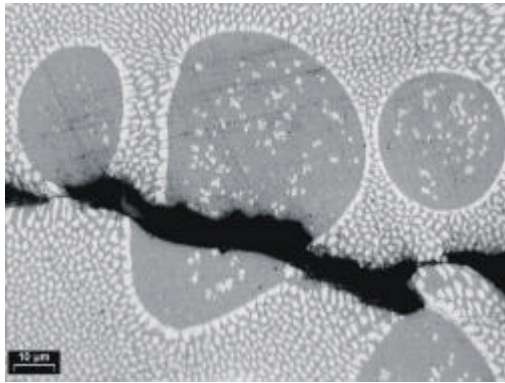
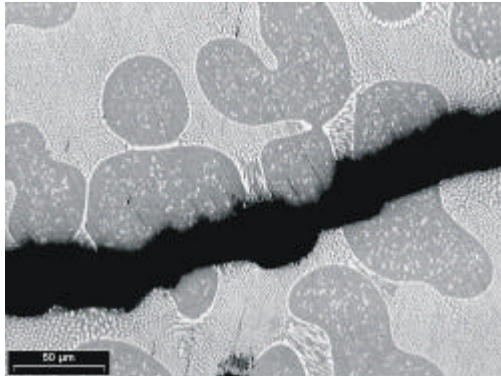


Bild 4.1.2.9: Thermoschockbelastungsart 4: Fraktographische Befunde mit im Bereich des Brennflecks beginnendem Bruch, welcher bis zur Rückseite reicht.



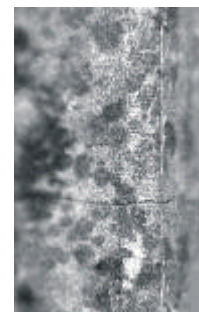
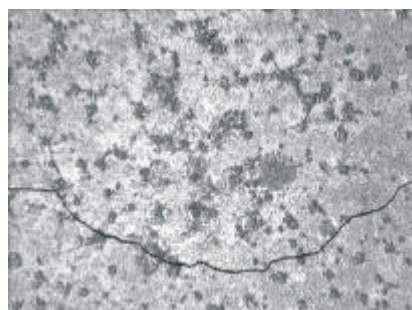
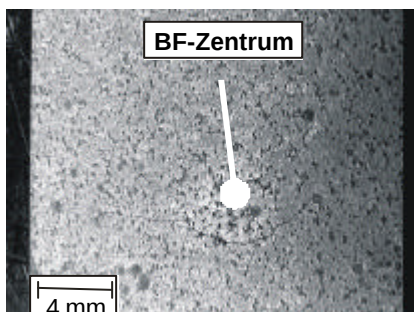
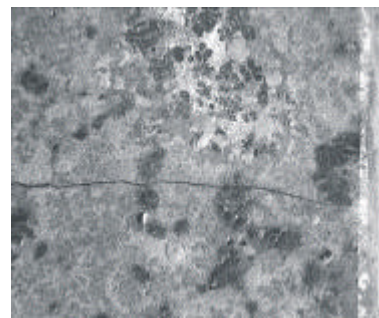
Riss im Randbereich



Riss im Bereich des Brennflecks

Bild 4.1.2.10: Bruchzone nach Thermoschockbelastungsart 4.

Rückseite



Kante links

Bild 4.1.2.11: Thermoschockbelastungsart 5: Fraktographische Befunde.



Bild 4.2.1: Testhitzeschild aus FG75 mit deutlichen Rissanzeigen nach erstem Thermoschockzyklus.



Bild 4.2.2: Gebrochenes Testhitzeschild aus FG75 nach dem zweiten Thermoschockzyklus.

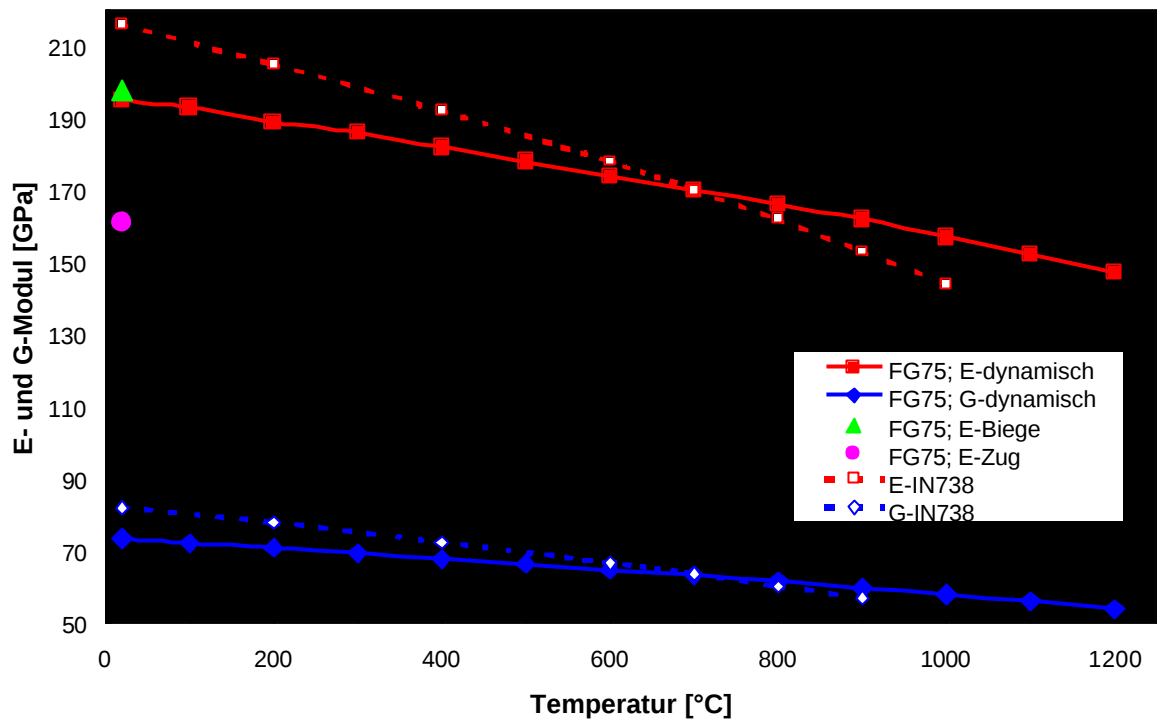


Bild 5.1.1: Elastische Moduln von FG75 im Vergleich zu IN738 LC.

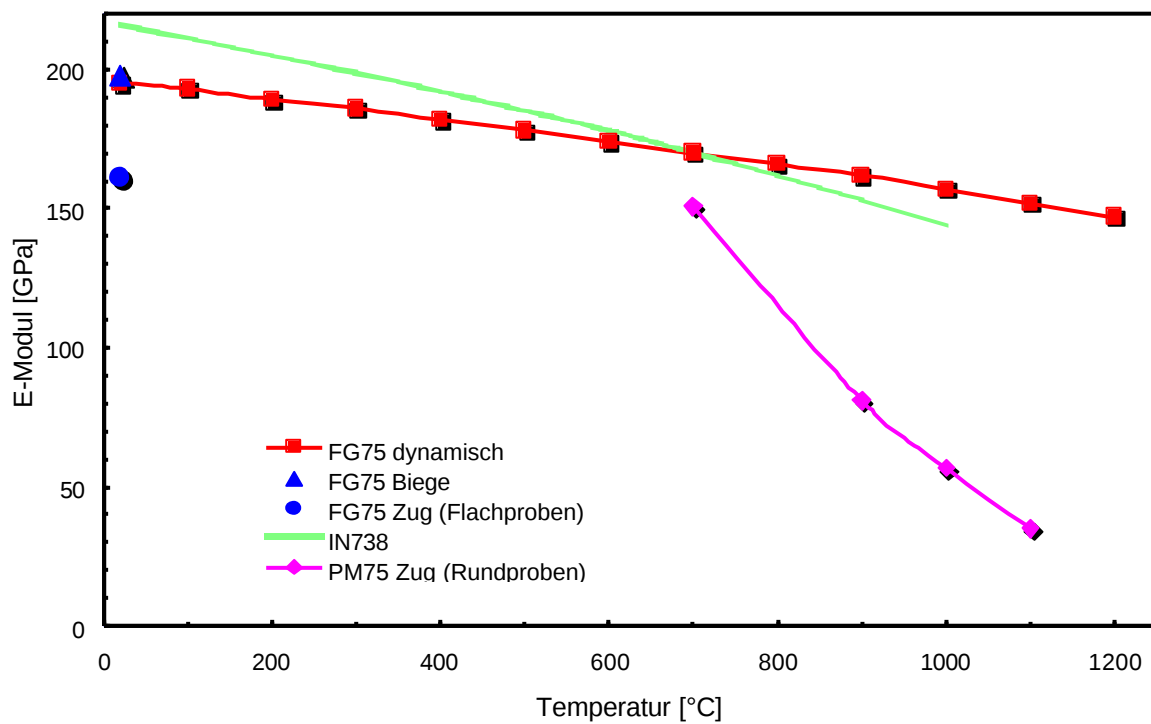


Bild 5.1.2: Elastische Moduln von FG75 und PM75 im Vergleich zu IN738 LC.

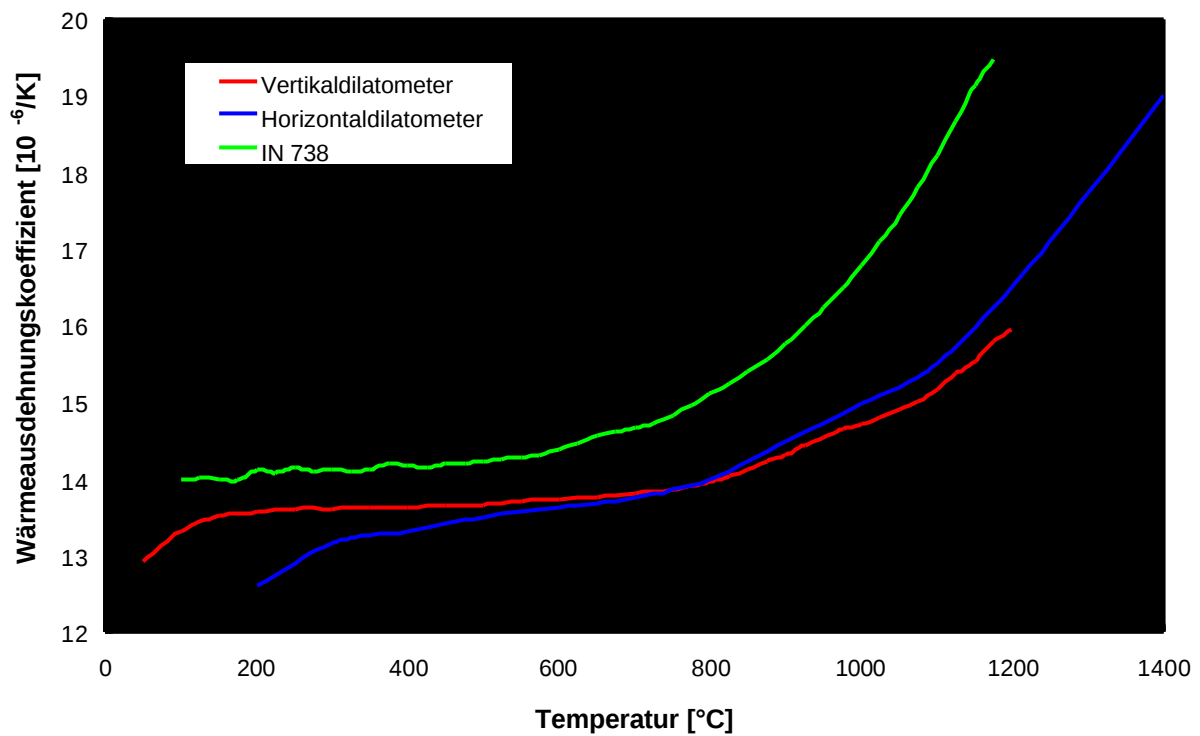


Bild 5.2.1: Thermischer Ausdehnungskoeffizient von FG75 im Vergleich zu IN738 LC.

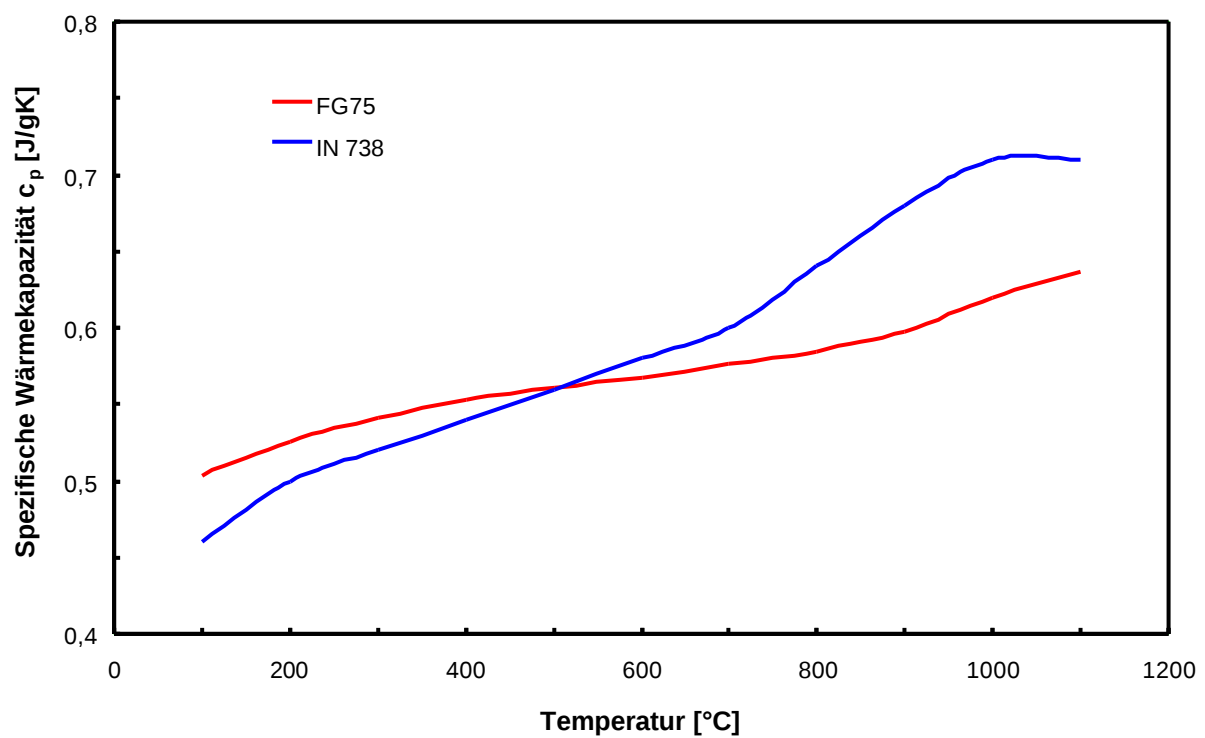


Bild 5.3.1: Spezifische Wärmekapazität von FG75 im Vergleich zu IN738 LC.

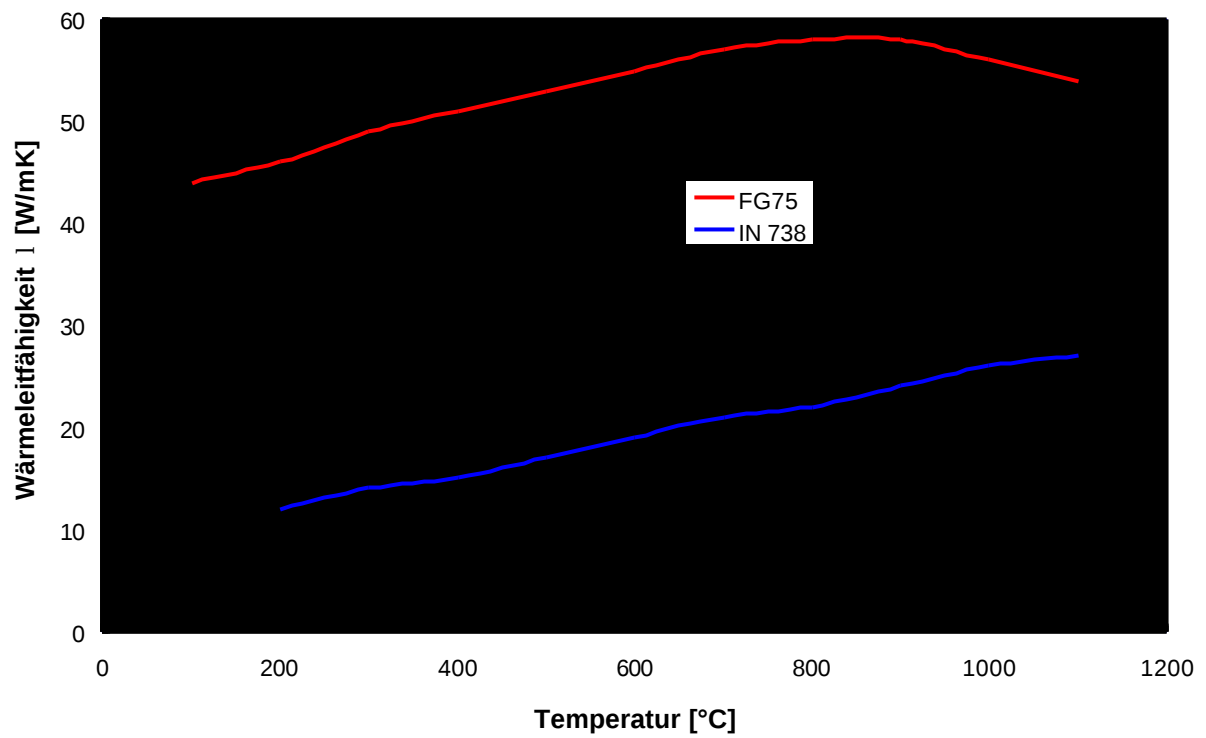


Bild 5.4.1: Thermische Leitfähigkeit von FG75 im Vergleich zu IN738 LC.

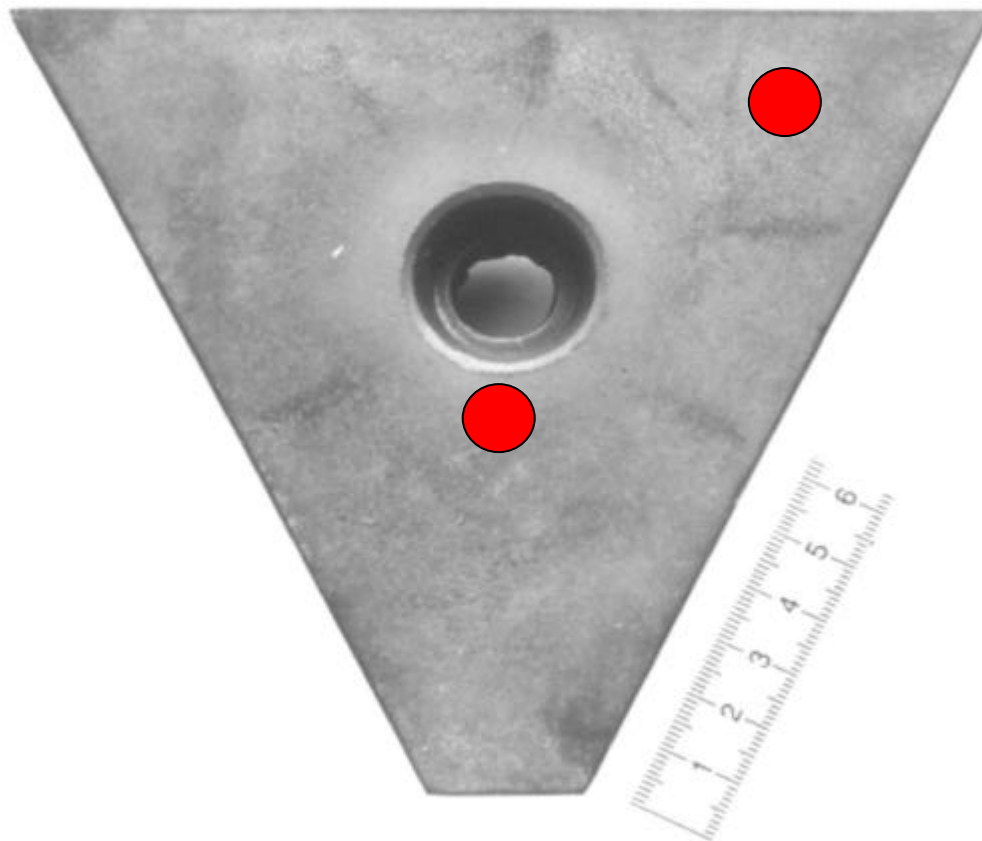


Bild 6.1: In FG75 gegossenes Hitzschild und Positionen der Eigenspannungsmessungen.

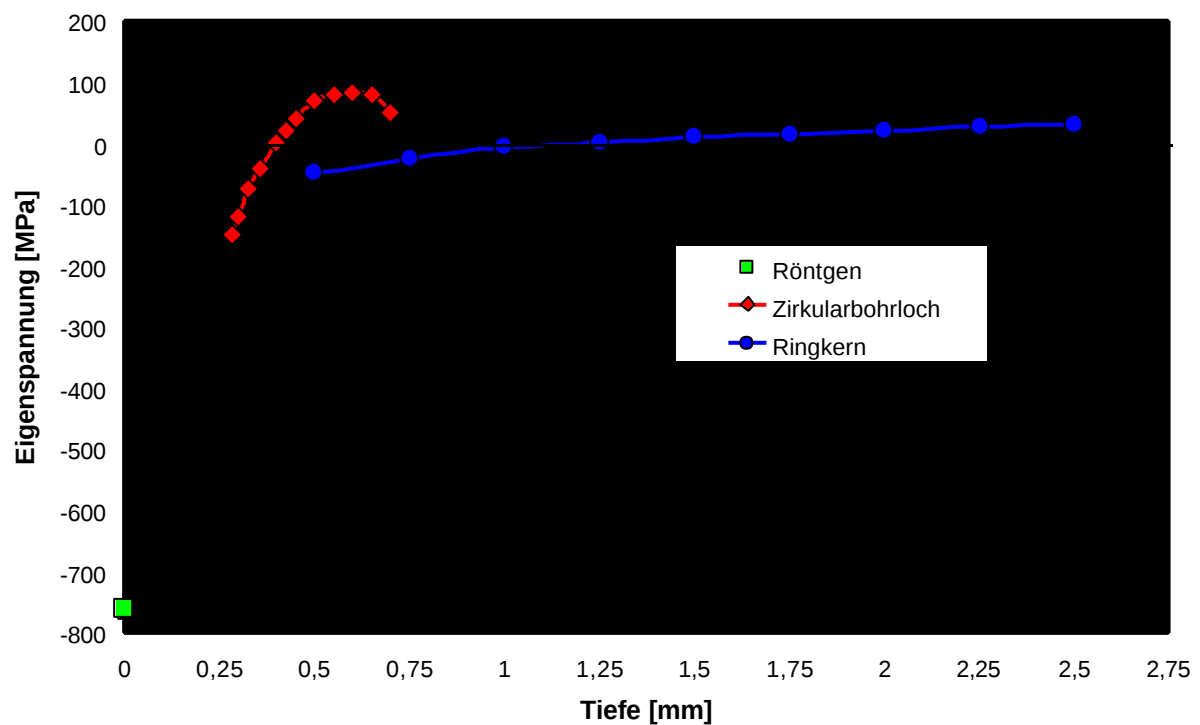


Bild 6.2: Eigenspannungsmessungen an einem gusstechnisch hergestellten Hitzschild aus FG75.



Bild 7.1: Beim Bearbeiten gebrochene Warmzugproben aus PM75.



Bild 7.2: Ergebnisse der Probenfertigungsmaßnahmen für Zeitstand- und LCF-Versuche an PM75.



Bild 7.3: Beim Einbau gebrochene LCF-Probe aus PM75.

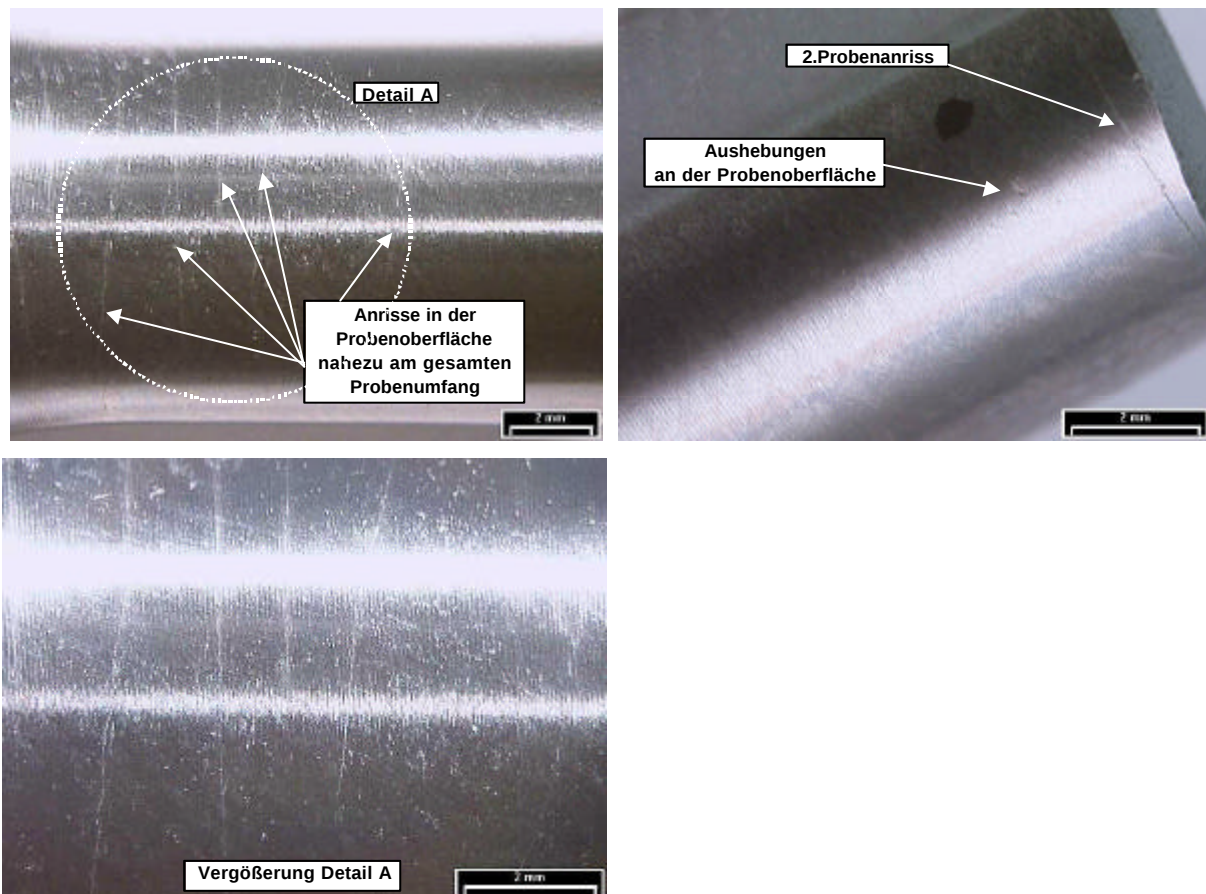


Bild 7.4: Probenoberflächendetails der beim Einbau gebrochenen LCF-Probe aus PM75.

Intermetallische NiAl – Komponenten für Systeme zur umweltfreundlichen Energiewandlung

03N2009

Darstellung und Prüfung von Hitzeschilden aus intermetallischen NiAl-Legierungen im Brennerprüfstand

Dr. Volker Thien, Siemens Power Generation, Mülheim a. d. Ruhr

Dem Projektpartner Siemens oblag im Wesentlichen die Durchführung der Verhaltens-Versuche im Niederdruck-Brennerprüfstand der Siemens AG zur Feststellung der Eignung der ausgewählten Werkstoffe als Auskleidung von Gasturbinen-Brennkammern.

Der ursprünglich vorgesehene Einsatz dieser Werkstoffe im Gasturbinenprüffeld mußte zurückgestellt werden, da im laufenden Versuchsprogramm und –zeitraum keine Turbine im Prüffeld verfügbar war. In Abstimmung mit den Projektpartnern wurde daher die Möglichkeit genutzt, in einem Brennerprüfstand Werkstoffproben dem Heißgasstrom – bis 1 400 °C bei Verwendung von Erdgas – für definierte Zeiten auszusetzen und diese anschließend werkstoffkundlich zu untersuchen. Hierzu wurden die in Rede stehenden Werkstoffe IP 27 (NiAl-Cr 27) und IP 75 (NiAl-TaCr) ausgewählt. Verwendet wurden Proben der Abmessungen 58 mm x 48 mm x 5 mm , die vom Projektpartner Max-Planck- Institut für Eisenforschung bereitgestellt wurden. Um die Proben in den Heißgasstrom einbringen zu können, waren zuvor Schweißversuche durchzuführen, bei denen die NiAl-Werkstoffe mit Hilfe des Schweißzusatzwerkstoffes NICRO 92 mittels WIG-Schweißverfahren an die Halterungen geschweißt wurden.

Bild 1 zeigt eine Reihe von Testhitzeschilden für den Einsatz im Brennerprüfstand, an welche die Halterung angeschweißt wurde ; dies ist in **Bild 2** exemplarisch gezeigt. Diese Proben stehen im Brennerprüfstand direkt im Heißgasstrom und werden bis auf 1 400 °C erhitzt; die Aufnahme aus dem Prüfstand – **Bild 3** – gibt hiervon einen Eindruck. Temperatur- und Haltezeitverläufe wurden dabei aufgezeichnet. Ein solches Diagramm ist in **Bild 4** exemplarisch wiedergegeben.

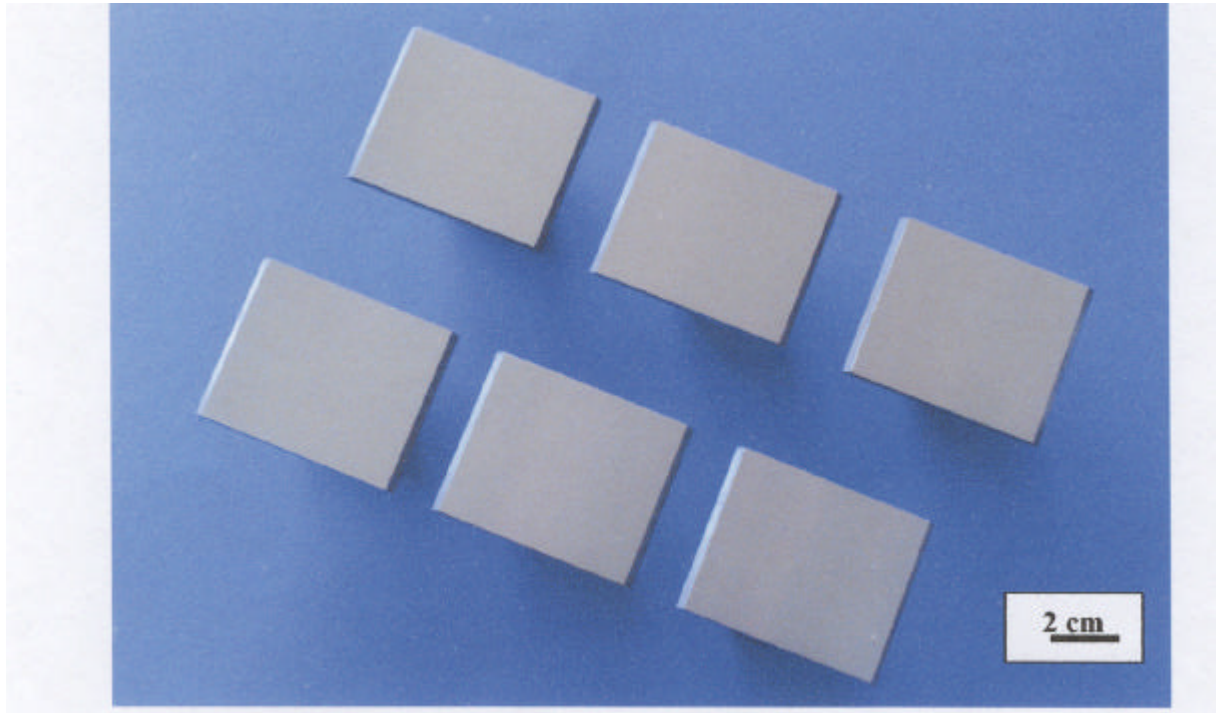


Bild 1: Aus IP 75 hergestellte Testhitzeschilde für Brenntests

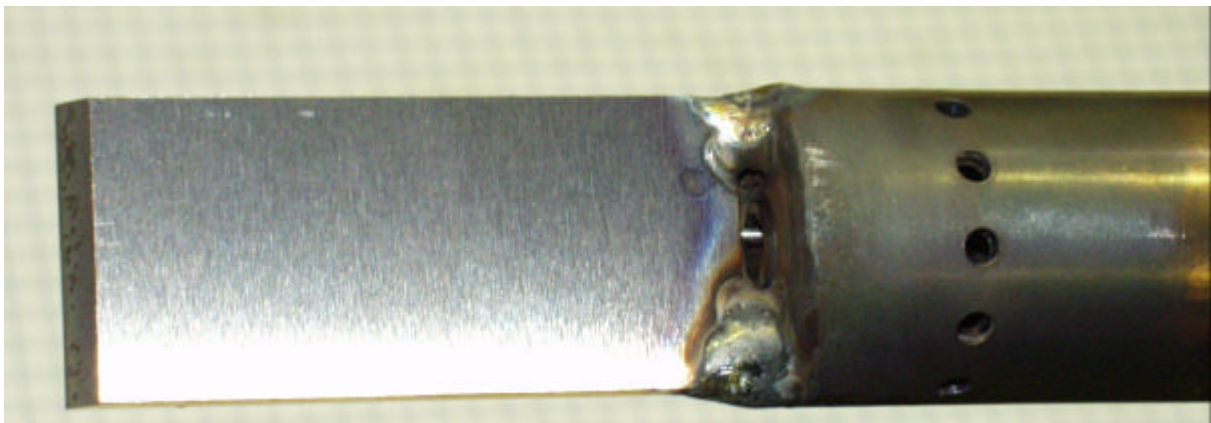


Bild 2: Testhitzeschild mit angeschweißter Halterung

Die Untersuchungen zur Konstitution, der Legierungs- und Gefügeoptimierung, der Hochtemperaturfestigkeit und des Korrosionsverhaltens der Legierung IP 75 wurden im MPI für Eisenforschung fortgesetzt und abgeschlossen. Noch laufende Untersuchungen – Langzeitversuche zur Oxidation unter Temperatur-wechselbedingungen – wurden zu Ende geführt. Eine Variante mit 0,1 % Hf, hergestellt zur Verbesserung der Haftfestigkeit – wies hierbei eine deutlich geringere spezifische Gewichtszunahme

als anderen bisher geprüften Legierungs-Varianten auf; offensichtlich können kleine Mengen Hafnium die Haftfestigkeit von Al_2O_3 – Schichten nachhaltig verbessern.

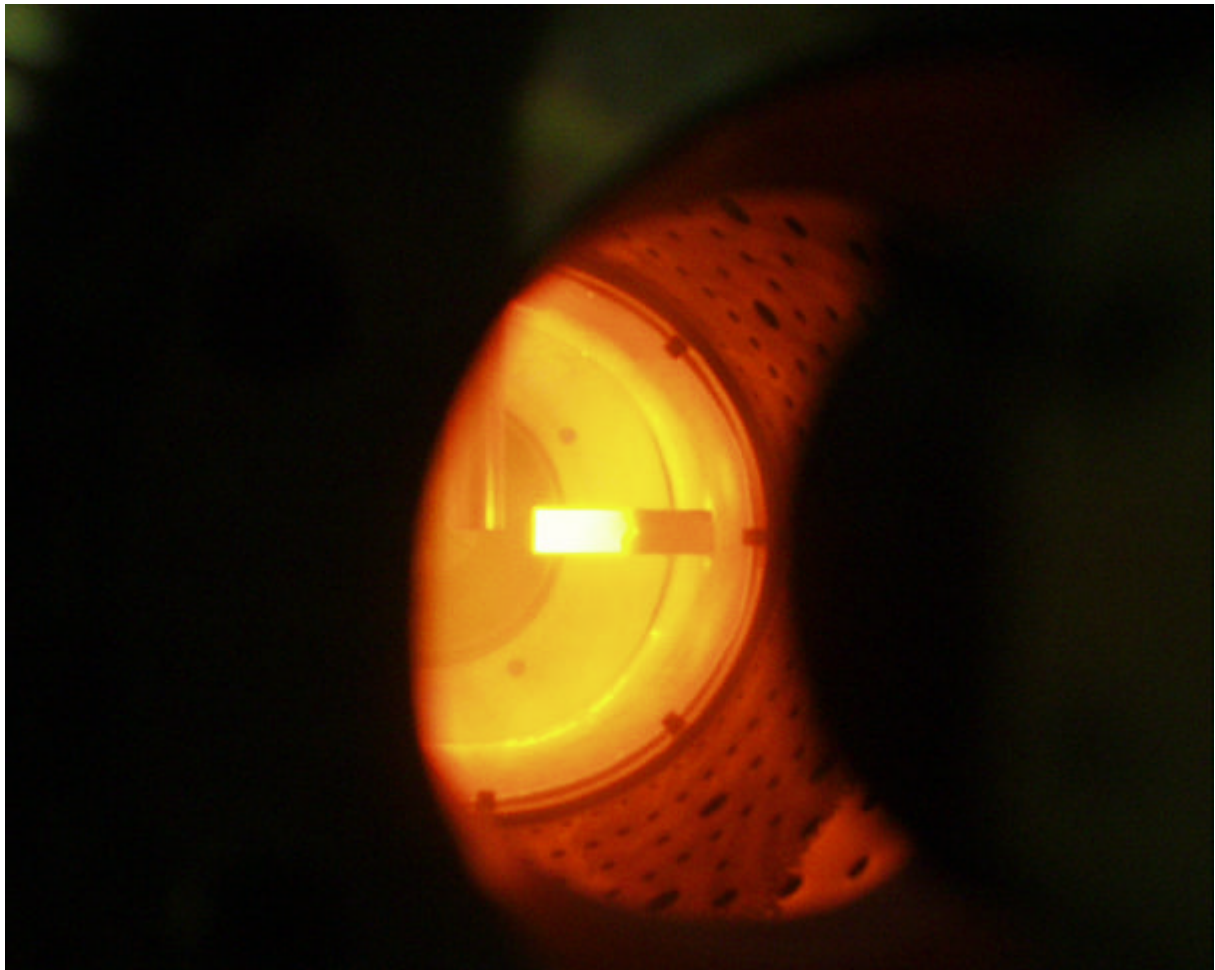


Bild 3: Testhitzeschild im Brennerprüfstand

Metallkundliche Nachuntersuchungen an Proben nach dem Heißgastest wurden am MPI für Eisenforschung Düsseldorf durchgeführt; hierbei erwies sich die Schweißverbindung zwischen IP-Probe und Stahlhalterung als absolut fehlerfrei, was durch energiedispersive Analysen untermauert wurde. Die Untersuchung der IP-Proben selbst bewies die herausragende Oxidationsbeständigkeit der untersuchten Werkstoffe bei hohen Temperaturen bis zu 1 400 °C und die erhoffte Eignung dieser Werkstoffe als Auskleidung in Brennkammern.

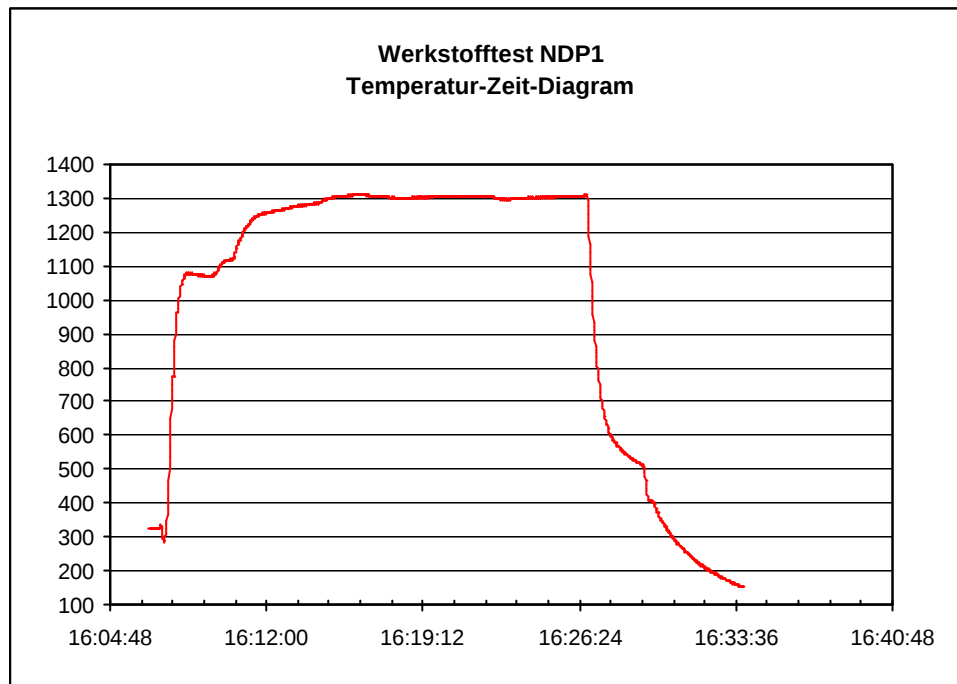


Bild 4: Brenntest mit IP 75; Haltezeit- und Temperaturverlauf

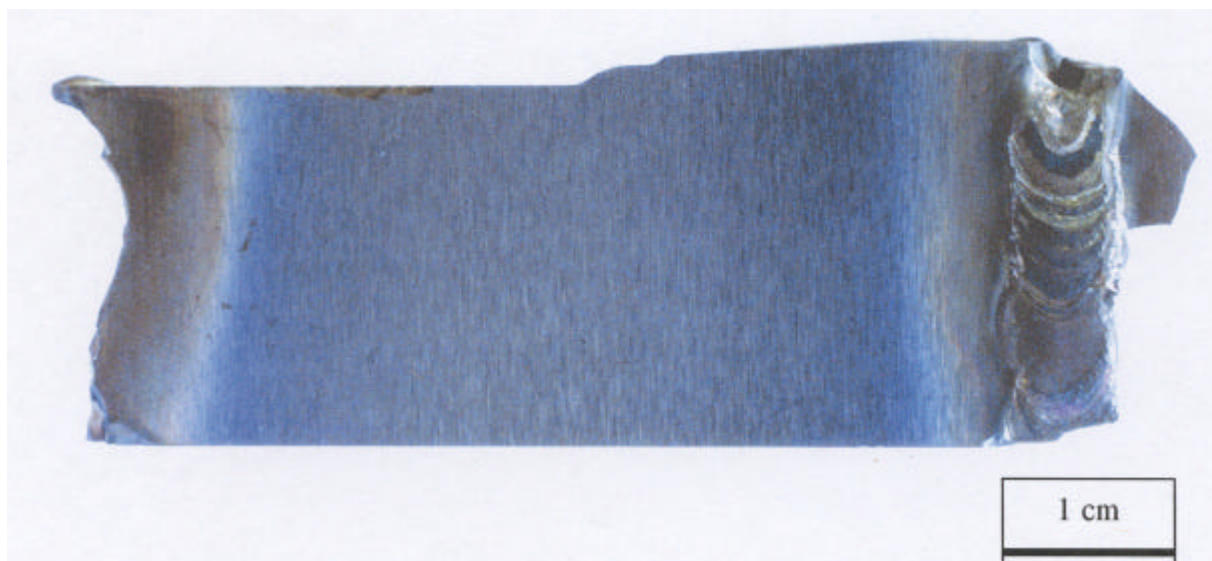


Bild 5: Testhitzeschild mit Schweißnaht und Resten des Stahlhalters

Im Rahmen des Arbeitspaketes A 2 (NiAlCr-Legierungen) wurden am MPI für Eisenforschung – in Zusammenarbeit mit dem Projektpartner Doncasters Precision Casting, Bochum – umfangreiche Untersuchungen zum superplastischen Umformen (Verformungsmechanismen, Versagensmodelle) durchgeführt, sowohl für das pulvermetallurgisch prozessierte Material wie für die heißstranggepreßte NiAlCr₂₇ - Gußlegierung. Die entsprechenden Verformungsparameter wurden bestimmt und

umfangreiche Nachuntersuchungen –siehe exemplarisch **Bild 6** - ausgeführt.

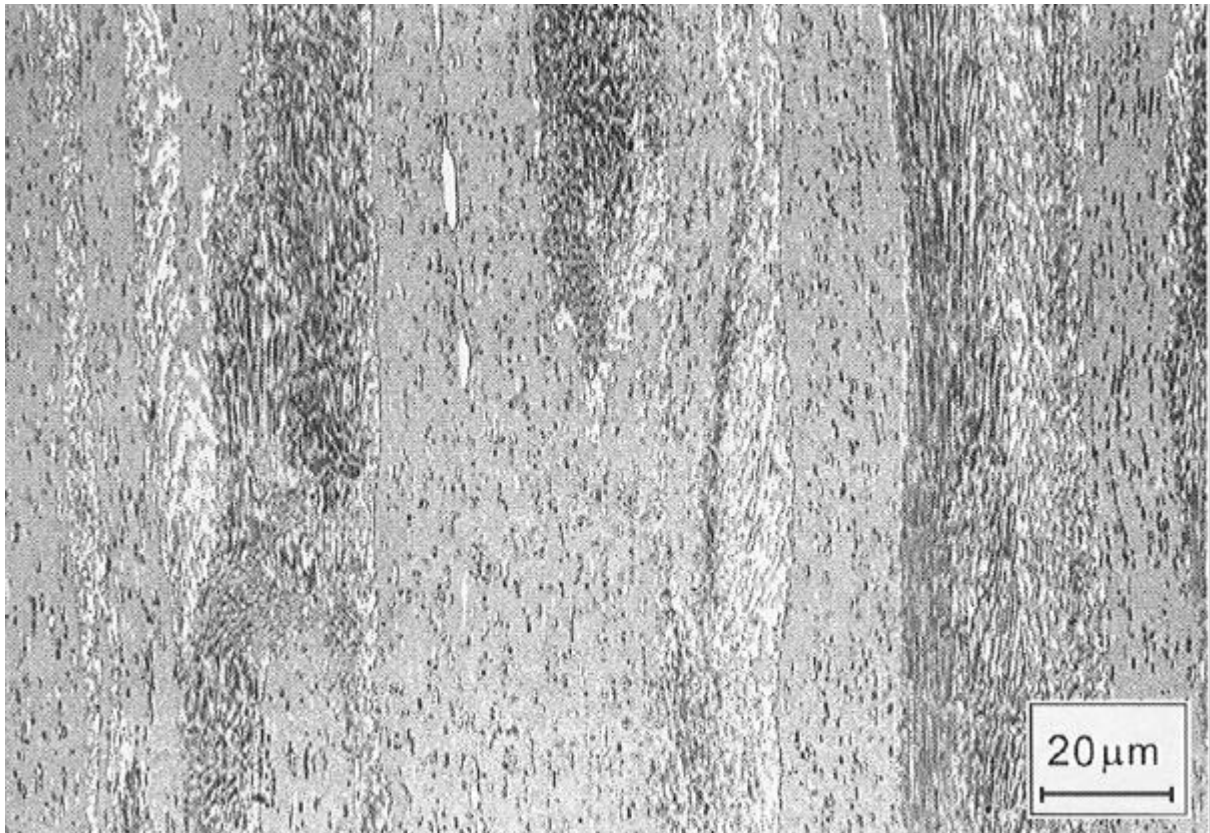


Bild 6: Mikrostruktur von heißstranggepreßtem NiAlCr_{27} , parallel zur Strangpreß-Richtung

Die im Jahresbericht 2000/2001 geschilderten Arbeiten des Projektpartners GKN Sinter Metals, Radevormwald (GKN), wurden weitergeführt und abgeschlossen. Hierbei wurden verschiedene mittels Metal-Injection-Molding (MIM)-Technologie auf verschiedenen Prozessrouten hergestellte Testprobenkörper hinsichtlich deren Verdichtung und Gefügebestandteile untersucht. Die an zwei verschiedenen Probekörpern im Druckversuch ermittelten 0.2%-Dehngrenzen liegen zwischen Raumtemperatur und 600 °C, d.h. unterhalb der Spröde-Duktil-Übergangstemperatur und deutlich über den an PM 75 bestimmten Werten.

In Kooperation mit den Projektpartnern H.C. Starck und DPC wurden mit grundlegenden Untersuchungen zum Beschichtungsverhalten von PM 75 auf verschiedenen Ni- und Co-Basislegierungen weitergeführt. Dazu wurde eine Reihe von Diffusions-

paaren hergestellt, um die Haftung von PM 75 auf den verschiedenen Superlegierungen bei 1000 °C und 1100 °C zu untersuchen.

Insgesamt zeigt die Legierung IP 75 ein ausgesprochen gutes Oxidationsverhalten, insbesondere bei Temperaturen oberhalb 1000°C.

Beitrag des Gießerei-Instituts der RWTH Aachen

Im Rahmen der Realisierung von Bauteilen aus NiAl-Basis-Legierungen wurde in dieser Arbeit der Schwerpunkt auf Optimierung der Herstellungstechnologie gelegt. Hier konnten vor allem bei der Feingusstechnik und der Formschalentechnologie Fortschritte erzielt werden. Es konnte gezeigt werden, dass mit einem weichen Formschalensystem Bauteile auf Basis der oben genannten Legierungen rissfrei hergestellt werden konnten. Vielmehr war es möglich durch eine gezielte Prozessführung und sehr genaue Einstellung der Prozessparameter, eine verbesserte Gefügestruktur hinsichtlich der Korngröße einzustellen. Ferner konnten zwei unterschiedliche Frontschichtkeramiken erfolgreich zur zusätzlichen Kornfeinung entwickelt werden.

Da diese Legierung nicht einfach zu vergießen ist, ist die Entwicklung neuer Keramikformen bzw. Hitzeschildgeometrien eingeschränkt. Wie bereits erwähnt, wird die Metallkontraktion während der Erstarrung durch Bohrungen, Formschrägen und Hinterschneidungen behindert. Es bilden sich Eigenspannungen, die zu Rissen im Bauteil führen können. Aus diesem Grund gelten alle erzielten Ergebnisse nur für die verwendete Geometrie eines Hitzeschildes aus einer stationären Gasturbine der Siemens AG KWU. Um in diesem Zusammenhang das gesamte Potential der NiAl-Basis-Legierungen auszuschöpfen, ist eine systematische Untersuchung der einzelnen Verfahrensschritte bei der gießtechnischen Herstellung unumgänglich. Es muss möglich sein, geometrieunabhängige Prozessparameter zur Herstellung rissfreier NiAl-Bauteile zu entwickeln.

In diesem Zusammenhang kann die numerische Simulation von sehr großer Hilfe sein. Diese Arbeit bietet die Grundlage dafür, dass die numerische Formfüll- und Erstarrungssimulation mit dem Programm MAGMASoft auf im Feingussverfahren hergestellte Bauteile aus NiAl-Legierungen anwendbar ist. Ebenso zeigt der Vergleich von errechneter und realer Porosität sehr gute Übereinstimmung, so dass die numerische Simulation ein nützliches Werkzeug für die gießtechnische Auslegung von Bauteilen für den Hochtemperatureinsatz darstellt.

Auch die numerische Simulation der Eigenspannungen mit dem Programm CASTS entspricht den praktischen Erfahrungen. Entscheidend für die Optimierung der Prozessführung war die Erkenntnis, dass die höchsten Spannungen während der Abkühlung im Temperaturbereich um 1000°C entstehen, unabhängig von der Abkühlrate. Da dies gleichzeitig der Temperaturbereich des Spröd-Duktil Überganges ist,

besteht bei der Abkühlung in diesem Bereich die höchste Rissanfälligkeit. Mit diesen Erkenntnissen wurde die Gießtechnik dahingehend optimiert, dass reproduzierbar rissfreie Hitzeschilde hergestellt werden konnten.

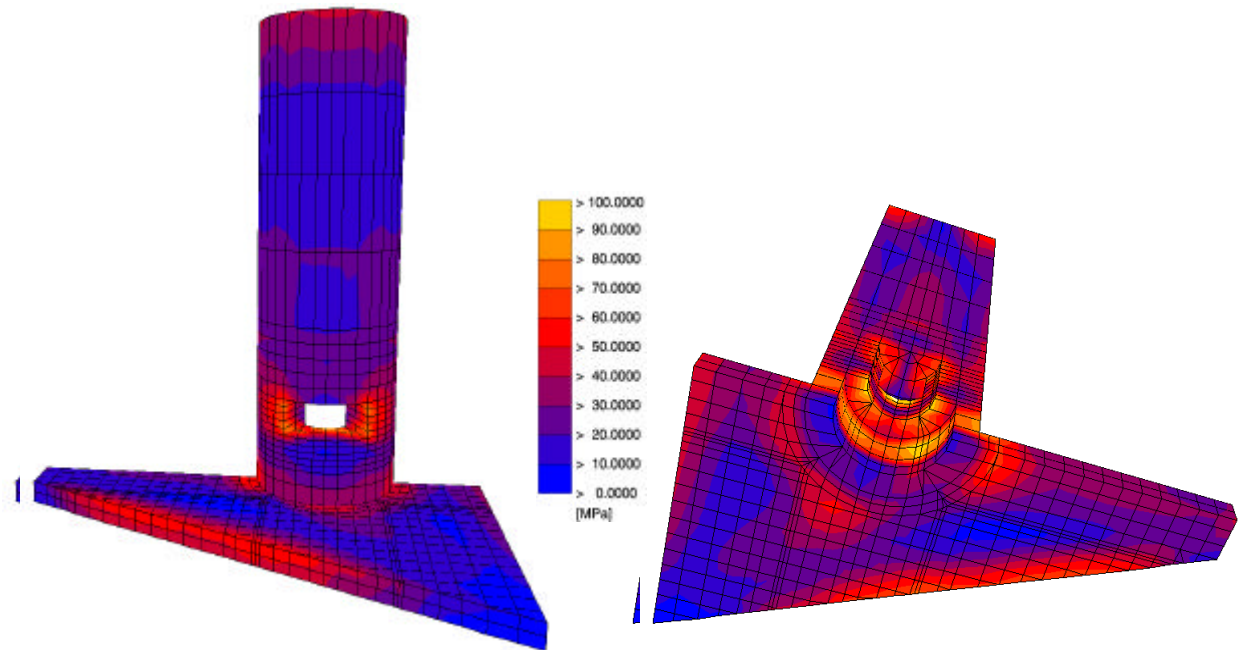


Bild 7: Die Unterseite des Hitzeschildes zeigt zwei ringförmig um den Zapfen angeordnete Bereiche erhöhter Spannung. Bei 1000°C Hitzeschildtemperatur steigt die Spannung an der Anschnittkante auf 110 MPa und im Zapfenbereich auf 70 MPa an (Abkühlrate: 2,5 K/min, Temperatur: 1000°C).

Abschließend ist anzumerken, dass es bei der Weiterentwicklung der Gießtechnik von Legierungen auf Basis der intermetallischen Phase NiAl ein Umdenken hinsichtlich des Modelldesigns und der Prozessoptimierung stattfinden muss. Es müssen im Vergleich zu den bekannten Superlegierungen neue Wege bei der gießgerechten Auslegung der Formen und der Prozesse beschritten werden.

RWTH Aachen Gießerei-Institut

Abschlussbericht des Gießerei-Institutes im Rahmen eine Forschungs- und Entwicklungsauftrages im Rahmen des MaTech-Verbundprojektes "Intermetallische NiAl-Komponenten zur umweltfreundlichen Energiewandlung"

Projektleiter: Prof. Dr.-Ing. Dr.-Ing. E.h. P.R. Sahm

Projektbearbeiter: Dipl.-Ing. F. Scheppe

Abschlussbericht des Gießerei-Institutes der RWTH Aachen

1	MOTIVATION UND ZIELSETZUNG	1	
2	HERSTELLUNG POLYKRISTALLINER BAUTEILE AUS FG 75	1	
2.1	Anforderungen an das Formschalensystem	2	
2.2	Verwendete NiAl-Basis-Legierungen	4	
2.2.1	Die NiAl-Basis-Legierung NiAl-Ta-Cr	4	
2.2.2	Die NiAl-Basis-Legierung NiAl-Cr	4	
2.3	Darstellung und Diskussion der Ergebnisse	6	
2.3.1	Kornfeinung infolge der Variation der Prozessparameter	6	
2.3.2	Kobalt-Meta-Silikat	6	
2.3.3	Kobalt-Zirkonium-Silikat	8	
3	NUMERISCHE SIMULATION VON FORMFÜLLUNG, ERSTARRUNG UND		TH
3.1	Darstellung und Diskussion der Ergebnisse	11	
3.1.1	Formfüllung	11	
3.1.2	Erstarrung	11	
3.1.3	Porosität	13	
3.1.4	Thermische Eigenspannungen	13	
4	SONSTIGE ARBEITEN	16	
5	ZUSAMMENFASSUNG	18	
6	LITERATUR	18	

1 Motivation und Zielsetzung

Um den Wirkungsgrad moderner Gasturbinen zur Energiewandlung bei gleichzeitig abnehmender Umweltbelastung zu verbessern, sind höhere Materialbeanspruchungen unumgänglich. Diese gestiegenen Anforderungen werden heutzutage in thermisch höchst belasteten Turbinenbereichen durch den Einsatz von Ni-Basis-Superlegierungen erfüllt. Zunehmend gewinnen auch intermetallische und keramische Werkstoffe auf der Basis z.B. von Aluminiumoxid als Hochtemperaturwerkstoffe an Bedeutung, R. Darolia 1993.

Das besondere Interesse an intermetallischen NiAl-Basis-Legierungen als Ersatz für Superlegierungen resultiert aus den hohen Schmelzpunkten von ca. 1640°C, der Dichte von 5,9-6,3 g/cm³ und der besseren Oxidationsbeständigkeit bei hohen Temperaturen. NiAl weist eine wesentlich höhere Wärmeleitfähigkeit auf, so dass eine Wärmeleitung aus thermisch hochbelasteten Bereichen leichter möglich ist, R. Darolia 1991. Dem stehen die fehlende Duktilität unterhalb 500°C bis 800°C und eine geringe Festigkeit oberhalb 1000°C gegenüber.

Die Entwicklung mehrphasiger NiAl-Basis-Legierungen konzentriert sich in den letzten Jahren schwerpunktmäßig auf die Optimierung der Duktilität und der Festigkeit in den genannten Temperaturbereichen. Untersucht wurde sowohl das Legieren von NiAl mit weiteren Elementen als auch eine Veredelung der NiAl-Matrix durch Partikelverstärkung oder durch metallische oder keramische Fasern, B.A. Zeumer 1994. Hierbei führt ein Legieren von NiAl mit Ta, Ti oder Nb unter Beibehaltung eines Ni/Al-Verhältnisses von 1/1 zur Ausbildung eines Zwei-Phasen-Gebietes, in dem NiAl im Gleichgewicht mit einer Laves-Phase steht, P. Esslinger 1991. Die Zugabe eines quaternären Elementes wie Ti, Zr, Hf, V, Nb, Cr, Mo, Fe, Co oder Si, bewirkt im Falle des Cr und Nb eine zusätzliche Mischkristallhärtung im NiAl und eine Modifikation der Laves-Phase. Die Substitution von Ta durch Nb führt zu einer Variation der chemischen Zusammensetzung der Phasen. Bei NiAl-Ta-Cr-Legierungen handelt es sich um Laves-Phasen-verstärkte, ausscheidungsgehärtete NiAl-Basis-Legierungen, B.A. Zeumer 1994.

Für die Bauteilherstellung nach dem Feingussverfahren muss das keramische Formschalensystem Anforderungen wie sehr gute Zerfallseigenschaften, ausreichende Hochtemperaturfestigkeit und chemische Beständigkeit erfüllen. Als Formstoffgrundmaterial für hochschmelzende Legierungen dienen z.B. Al₂O₃ und ZrSiO₄. Als Binder wird in diesen konventionellen Systemen SiO₂ eingesetzt, was in Temperaturbereichen zwischen 1500°C und 1600°C zum Erweichen der Formschale und zu Formschalentrissen führt. Somit ist die Verwendung eines SiO₂-reduzierten bzw. -freien Formschalensystems zum Gießen von NiAl-Basis-Legierungen notwendig.

Die Optimierung der Feigusstechnik zur Herstellung rissfreier Bauteile aus einer Laves-Phasen-verstärkten NiAl-Basis-Legierung mit definierter Korngröße ist das Hauptziel dieser Arbeit. Zur Unterstützung der experimentellen Arbeiten wurde die numerische Simulation der Formfüllung, der Erstarrung und der thermischen Eigenspannungen eingesetzt.

Um diese Ergebnisse der prinzipiellen Machbarkeit besser um zu setzen, wurde als Geometrie ein Hitzeschild einer stationären Gasturbine der Siemens AG KWU verwendet, **Bild 1**.

2 Herstellung polykristalliner Bauteile aus FG 75

Zur Untersuchung der Verarbeitungsmöglichkeiten von NiAl-Basis-Legierungen im Feinguss

wurde zunächst ein geometrisch relativ einfaches Bauteil (Bestandteil der Auskleidung der Brennkammer einer stationären Gasturbine der Siemens AG KWU) abgegossen, Bild 1.

Als großes Problem stellte sich dabei das spröde Werkstoffverhalten des NiAl bei RT heraus. Sobald die Metallkontraktion während der Erstarrung stark behindert wird z.B. durch Hinterschneidungen, Bohrungen u.ä., bilden sich Eigenspannungen, die zum Riss des Bauteils führen können. Um die Rissanfälligkeit zu verringern, ist sowohl ein geeignetes Formschalensystem als auch die Kenntnis des Spröd-Duktil-Umwandlungspunktes notwendig.

Die für intermetallische Phasen typische Umwandlung von duktilem zu sprödem Werkstoffverhalten erfordert eine sehr langsame Abkühlung des Bauteils von der Gießtemperatur ($> 1700^{\circ}\text{C}$) bis in Temperaturbereiche, in denen die Umwandlung vollzogen ist.

Bei der Herstellung polykristalliner NiAl-Gussteile ist die Korngröße von enormer Bedeutung. Im Rahmen verschiedener Versuchsreihen sollte untersucht werden, inwieweit die Korngröße durch Variation verschiedener Gießparameter wie Formschalentemperatur und Abkühlrate sowie durch Einsatz neuer, keimwirksamer Formschalensysteme beeinflusst werden kann.

Alle Experimente wurden in einem Vakuumofen unter Schutzgasatmosphäre durchgeführt. Für alle Versuche wurde die Laves-Phasen-verstärkte, ausscheidungsgehärtete NiAl-Basis-Legierung FG 75 verwendet, B.A. Zeumer 1994.

Zur Untersuchung der Möglichkeiten der Kornfeinung und somit der Verbesserung der mechanischen Eigenschaften von NiAl-Basis-Legierungen wurden zwei unterschiedliche Ansätze verfolgt. Einerseits wurden die Prozessparameter variiert (Gieß-, Formtemperatur und Abkühlrate), andererseits wurden zwei unterschiedliche, keimwirksame Frontschichten (Kobalt-Meta-Silikat, Kobalt-Zirkonium-Silikat) eingesetzt. Diese Ansätze werden in den folgenden Kapiteln eingehender erläutert.

2.1 Anforderungen an das Formschalensystem

Die Herstellung rissfreier Bauteile aus einer NiAl-Basis-Legierung ist aufgrund des schlagartigen Wechsels von duktilem zu sprödem Werkstoffverhalten während der Abkühlung nicht ganz unproblematisch. Das Vorhandensein einer starren Form behindert die Kontraktion des Metalls während der Erstarrung so stark, dass im spröden NiAl Risse entstehen.

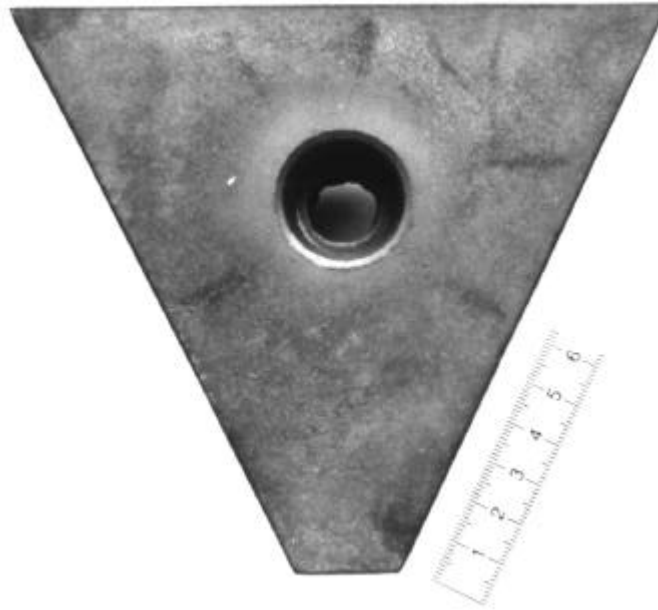


Bild 1: Zur Orientierung dient ein im Feingussverfahren herzustellendes Hitzeschild (Betriebsseite) einer stationären Gasturbine (Siemens AG KWU) hier aus einer NiAl-Ta-Cr-Legierung (FG 75).

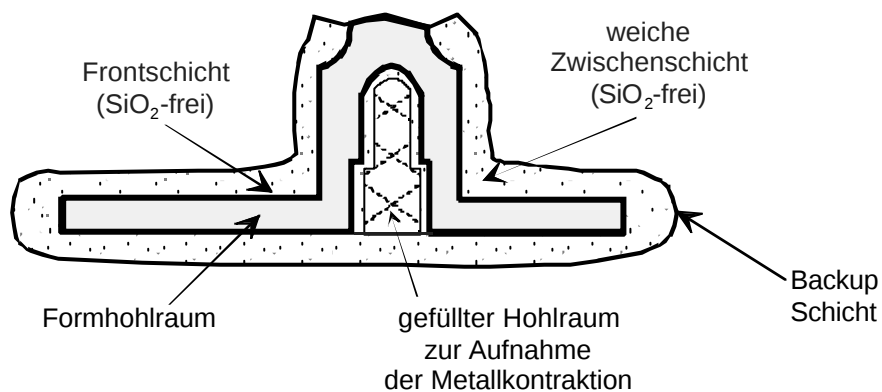


Bild 2: Der Sandwich-Aufbau der Formschale mit einer festen Frontschicht, mehreren weichen Zwischenschichten und einer harten Außenschicht, eignet sich hervorragend zur Herstellung rissfreier Bauteile mit Hinterschneidungen und Bohrungen aus NiAl-Basis-Legierungen. Die weiche Zwischenschicht ist in der Lage, die Metallkontraktion abzufedern und verhindert somit den Aufbau von Eigenspannungen im Bauteil, die zum Riss führen.

Um aber dennoch rissfreie Bauteile (z.B. Hitzeschilde) herstellen zu können, wurde im Rahmen dieser Arbeit ein spezieller Sandwich-Aufbau der Formschale entwickelt, **Bild 2**. Die SiO_2 -freie Frontschicht verhindert Reaktionen zwischen der NiAl-Schmelze und der Keramik, M. Klaassen 2002. Die weiche Zwischenschicht ist in der Lage die Metallkontraktion abzufedern und verhindert somit den Aufbau von Eigenspannungen im Bauteil, die zum Riss führen.

Ein weiteres Problem bei der Herstellung von NiAl-Bauteilen nach dem Feingussverfahren ist, dass die konventionellen Feingusstauhmasse mit SiO_2 -Bindern versehen sind. Dieses Silizium reagiert aber mit der NiAl-Schmelze. Das reagierende Silizium bildet in der NiAl-Matrix unerwünschte sehr spröde intermetallische Phasen. Das Vorhandensein dieser Gefügebestandteile ist ein Ausschusskriterium für solche Bauteile, R. Noebe 1997.

2.2 Verwendete NiAl-Basis-Legierungen

Im Rahmen dieser Arbeit wurden zwei unterschiedliche NiAl-Basis-Legierungen verwendet, welche im folgenden eingehender erläutert werden.

1 2.2.1 Die NiAl-Basis-Legierung NiAl-Ta-Cr

Auf der Basis des Systems NiAl-Ta-Cr ist ein Werkstoff entwickelt worden, der eine NiAl-Matrix mit einem bei hohen Temperaturen festigkeitssteigernd wirkenden Netzwerk einer Laves-Phase mit C14-Struktur aufweist, **Bild 3**. Die Legierung der Zusammensetzung 45 at.% Ni, 45 at.% Al, 7.5 at.% Cr und 2.5 at.% Ta mit der Kurzbezeichnung IP 75 kann sowohl gießtechnisch (FG 75) als auch pulvermetallurgisch (PM 75) hergestellt werden.

Kennzeichnende Eigenschaften der Legierung FG 75 sind ihre hohe Festigkeit oberhalb 1000°C , was auf die Ausbildung eingelagerter Laves-Phasen zurückzuführen ist, ein gutes Oxidationsverhalten bis 1350°C , was auf der Bildung festhaftender Al_2O_3 -Schichten beruht und ihre gute Thermoschockbeständigkeit, W. Hermann 1998. Die mechanischen Eigenschaften von FG 75 können durch weitere Mikrolegierungselemente wie Molybdän, Niob oder Wolfram positiv beeinflusst werden B.A. Zeumer 1994. Die Legierung FG 75 wurde für alle Untersuchungen zur globulitischen Erstarrung eingesetzt.

2 2.2.2 Die NiAl-Basis-Legierung NiAl-Cr

Die Untersuchungen im ternären System Al-Ni-Cr beschränken sich überwiegend auf das quasibinäre Teilsystem NiAl-Cr, da dieses die grundlegende Konstitution der meisten Nickel-Basis-Superlegierungen widerspiegelt.

Bezüglich der mechanischen Eigenschaften stellt die untereutektische Zusammensetzung 36,5 at.% Ni, 36,5 at.% Al, 27 at.% Cr (IP 27) ein Optimum im System NiAl-Cr dar. Die Mikrostruktur besteht aus primär erstarrten NiAl(Cr)-Körnern mit feindispers ausgeschiedenen Cr-Kristalliten und dem Eutektikum mit koexistierenden NiAl(Cr)- und Cr(NiAl)-Kristalliten. Das Gefüge bleibt auch nach Wärmebehandlungen bei Temperaturen bis 1200°C stabil, wobei keine Vergrößerung der Cr-Phase stattfindet, W. Hermann 1998, **Bild 4**.

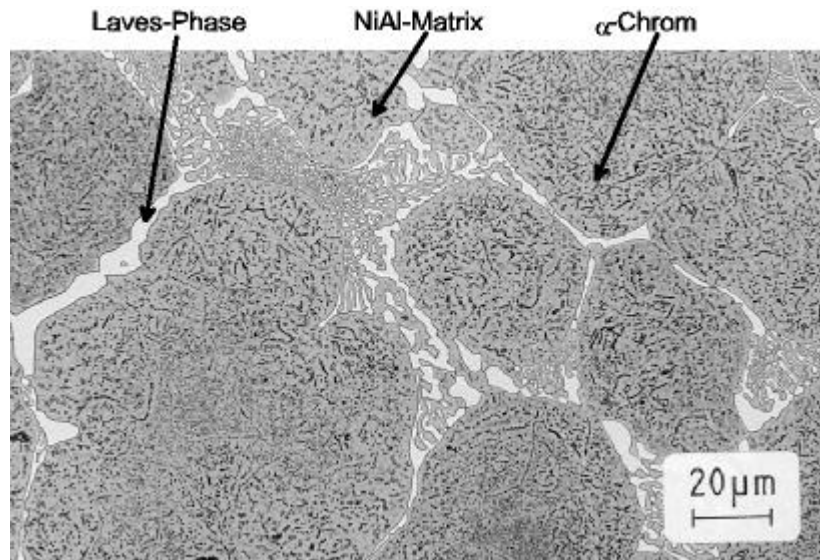


Bild 3: Im Gefügebild sind die auftretenden Phasen der Legierung FG 75 (45 at.% Ni, 45 at.% Al, 7,5 at.% Cr und 2,5 at.% Ta) dargestellt. Zwischen den NiAl-Dendriten (grau) befindet sich die Laves-Phase (hell) bzw. das NiAl-Laves-Phasen Eutektikum. Innerhalb der NiAl-Dendriten finden sich feine Cr-Ausscheidungen, W. Hermann 1998.

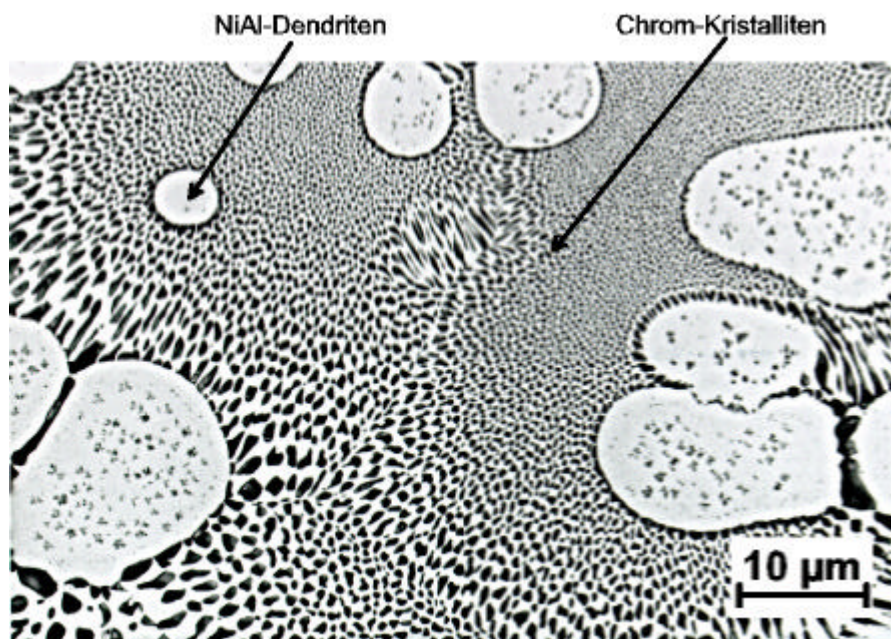


Bild 4: Die Mikrostruktur der IP 27 besteht aus primär erstarrten NiAl(Cr)-Körnern mit fein ausgeschiedenen Cr-Kristalliten und dem Eutektikum mit koexistierenden NiAl(Cr)- und Cr(NiAl) Kristalliten, W. Hermann 1998.

2.3 Darstellung und Diskussion der Ergebnisse

Auffallend bei allen Versuchsreihen ist, dass nicht mit allen Parameterkombinationen rissfreie Bauteile entformt werden konnten. Eine zu hohe Abkühlrate in Verbindung mit einer niedrigen Formtemperatur lassen die Bauteile während der Abkühlung reißen, obwohl für alle Versuche das Formschalensystem mit weichen Zwischenschichten eingesetzt wurde. So zeigt die Verwendung des SiO_2 -reduzierten Formschalensystems das größte Prozessfenster zur Herstellung rissfreier Bauteile aus einer NiAl-Basis-Legierung.

3 2.3.1 Kornfeinung infolge der Variation der Prozessparameter

Für alle Versuche dieser Serie wurde ein SiO_2 -reduziertes Formschalensystem verwendet, **Tabelle 1**. Beim Vergleich der durchschnittlichen Korngrößen ist ein deutlicher Kornfeinungseffekt infolge der Erhöhung der Abkühlrate erkennbar, **Bild 5**. Bei einer Formschalentemperatur von 1300°C ist der mittlere Korndurchmesser mit einer Abkühlrate von $7,5 \text{ K/min}$ im Vergleich zu einer Abkühlrate von $2,5 \text{ K/min}$ wesentlich geringer. Der Vergleich des Abgusses bei einer Formschalentemperatur von 1250°C mit einer Abkühlrate von $7,5 \text{ K/min}$, mit dem bei einer Abkühlrate von $2,5 \text{ K/min}$, unterstreicht nochmals den Kornfeinungseffekt durch die Erhöhung der Abkühlrate. Die Versuche bei einer Formschalentemperatur von 1200°C weisen diesen hohen Kornfeinungseffekt nicht mehr auf, **Bild 5**.

Das Herabsetzen der Formschalentemperatur von 1300°C auf 1250°C hat keinen nennenswerten Kornfeinungseffekt zur Folge. Erst eine Herabsetzung der Formschalentemperatur auf 1200°C wirkt kornfeinend.

Ein Vergleich der Korngrößen zeigt, dass eine Absenkung der Formschalentemperatur auf 1200°C , bei einer Abkühlrate von $2,5 \text{ K/min}$, einen ähnlichen Kornfeinungseffekt bewirkt, wie das Erhöhen der Abkühlrate auf $7,5 \text{ K/min}$, bei einer Formschalentemperatur von 1300°C , **Bild 5**.

Der größte Kornfeinungseffekt wird durch die Kombination der Prozessparameter erzielt. Dies wird besonders bei der Gegenüberstellung des Abgusses mit einer Formschalentemperatur von 1200°C und einer Abkühlrate von $7,5 \text{ K/min}$, mit dem Abguss bei einer Formschalentemperatur von 1300°C und einer Abkühlrate von $2,5 \text{ K/min}$ deutlich.

4 2.3.2 Kobalt-Meta-Silikat

Das Frontschichtsystem auf Kobalt-Meta-Silikat-Basis zeichnet sich durch eine hohe Phasenstabilität bis über 1300°C aus.

Tabelle 2 verdeutlicht die Abhängigkeit der Korngröße von der Formtemperatur und Abkühlrate. Deutlich erkennbar ist der Einfluss der Formtemperatur auf die Korngröße, **Bild 6**. So konnte bei konstanter Abkühlrate ($2,5 \text{ K/min}$) die Korngröße um ca. 25 % verringert werden, infolge der Herabsetzung der Formtemperatur von 1300°C auf 1200°C .

Tabelle 1: Die angegebenen Abkühlraten wurden jeweils im Temperaturintervall von 1100°C bis 600°C eingestellt. Der Kornfeinungseffekt infolge der Variation der Gießparameter ist deutlich erkennbar. Grau unterlegt sind die Parameterkombinationen, mit denen rissfreie Bauteile hergestellt werden konnten.

		1200 °C	1250 °C	1300 °C
2,5	K/min	132 µm	296 µm	285 µm
5,0	K/min	112 µm	192 µm	186 µm
7,5	K/min	108 µm	140 µm	140 µm

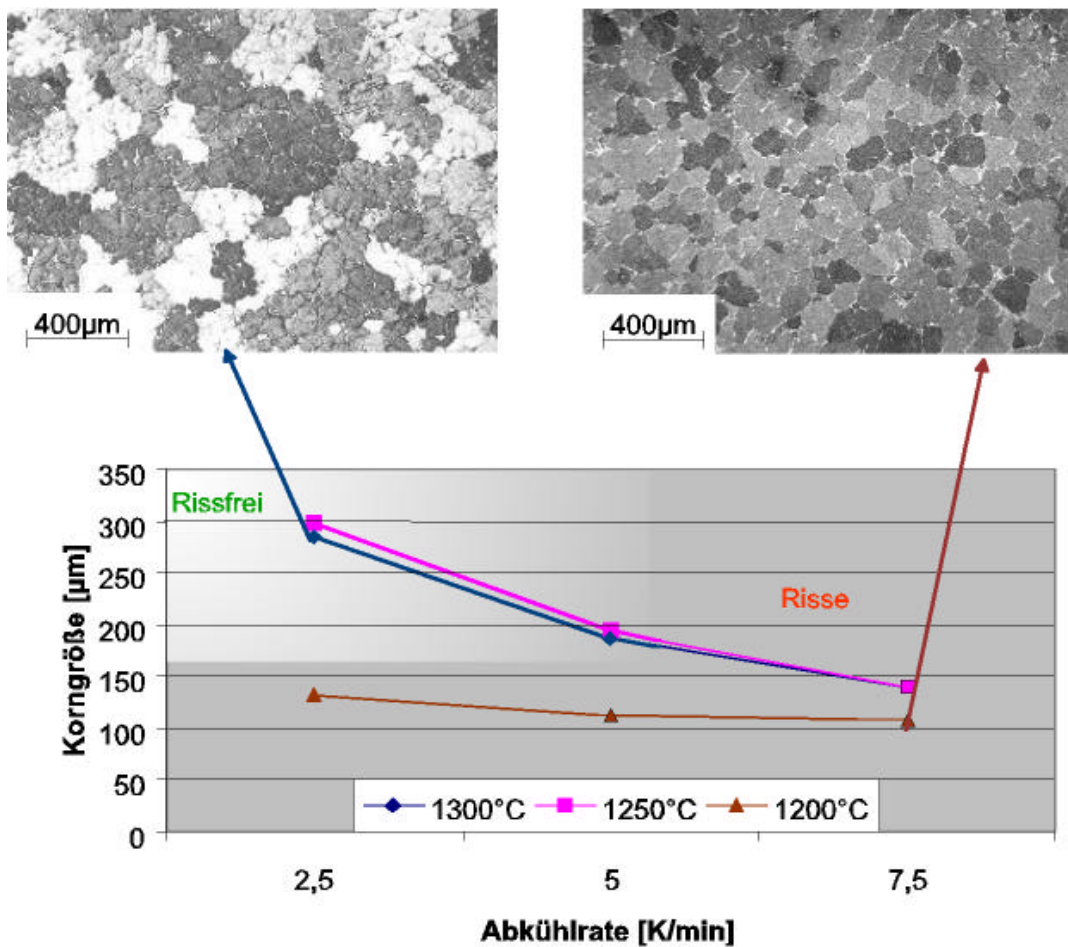


Bild 5: Erst eine Herabsetzung der Formtemperatur von 1300°C auf 1200°C hat einen deutlichen Kornfeinungseffekt zur Folge. Die Herabsetzung der Abkühlrate hat bei einer Formtemperatur von 1200°C nur einen geringen Einfluss auf die Korngröße. Während der Kornfeinungseffekt bei den Formtemperaturen von 1250°C und 1300°C wesentlich effektiver ist.

Ebenso konnte bei konstanter Formtemperatur in allen Fällen die Korngröße um ca. 30% verkleinert werden, infolge der veränderten Abkühlrate, Bild 4. Der deutlichste Kornfeinungseffekt konnte wieder mit der geringsten Formtemperatur (1200°C) und der höchsten Abkühlrate (7,5 K/min) eingestellt werden. Im Vergleich zum anderen Extremfall ($T_{\text{Form}} = 1300^\circ\text{C}$, $T = 2,5 \text{ K/min}$) konnte die Korngröße mit der kornfeinenden Frontschicht auf 52 μm reduziert werden, Bild 6.

5 2.3.3 Kobalt-Zirkonium-Silikat

Das zweite eingesetzte kornfeinende Frontschichtsystem basiert auf Kobalt-Zirkonium-Silikat. Auch dieses System zeichnet sich durch seine gute Phasenstabilität bis über 1300°C aus.

Eine deutliche Abhängigkeit der Korngröße von der Abkühlrate zeigt sich bei allen Formtemperaturen, **Bild 7**. So konnte in allen Fällen die Korngröße bei konstanter Temperatur um ca. 20 % verringert werden infolge der Verringerung der Abkühlrate, **Tabelle 3**.

Auffallend im Rahmen dieser Versuchsreihe ist, dass bei einer Formtemperatur von 1250°C und 1300°C eine Veränderung der Abkühlrate keine nennenswerte Abhängigkeit der Korngröße zeigt. Jedoch ist auch in dieser Versuchsserie erkennbar, dass bei einer geringeren Formtemperatur (1200°C) in Verbindung mit einer hohen Abkühlrate (7,5 K/min) die kleinsten Körner gebildet werden, Bild 7.

3 Numerische Simulation von Formfüllung, Erstarrung und thermischer Eigenspannungen

Die Simulation der Formfüllung und der Erstarrung erfolgte mit dem FDM-Programm MAGMAsoft. Durch Unterteilung der im Preprocessor eingegebenen Geometrie in quaderförmige Volumenelemente wird die zu lösende allgemeine Transportgleichung auf einfache Differenzenquotienten zurückgeführt. Die allgemeine Transportgleichung beschreibt dabei gleich mehrere für den Formfüll- und Erstarrungsprozess relevante Differentialgleichungen, M.D. Lipinski 1994. Veränderliche Parameter bei der Formfüll- und Erstarrungssimulation waren die Gieß- und Formschalentemperatur.

Die Eigenspannungen im Hitzeschild wurden mit dem am Gießerei-Institut der RWTH Aachen entwickelten FEM-Programm **Computer Aided Solidification TechnologieS** (CASTS) P.R. Sahm 1983, für unterschiedliche Abkühlraten, ausgehend von einem definierten Temperaturfeld nach vollendeter Formfüllung, berechnet. Dabei wird das für die Spannungsrechnung notwendige Temperaturfeld zu jedem Zeitschritt durch Lösen der Fourierschen Wärmeleitungsgleichung der Spannungsrechnung zur Verfügung gestellt. Die Simulation der Eigenspannung basiert vereinfacht dargestellt auf der Bestimmung der Veränderung des Anteils elastischer Dehnung an der Änderung der Gesamtdehnung, J. Guan 1995.

Tabelle 2: Die angegebenen Abkühlraten wurden jeweils im Temperaturintervall von 1100°C bis 600 °C eingestellt, die Gießtemperatur betrug in allen Fällen 1700°C. Der Kornfeinungseffekt infolge der Variation der Gießparameter ist erkennbar. Grau unterlegt ist die Parameterkombination, welche es ermöglichte, ein rissfreies Bauteil zu entformen.

		1200 °C	1250 °C	1300 °C
2,5	K/min	70 µm	89 µm	94 µm
5,0	K/min	61 µm	79 µm	79 µm
7,5	K/min	52 µm	70 µm	72 µm

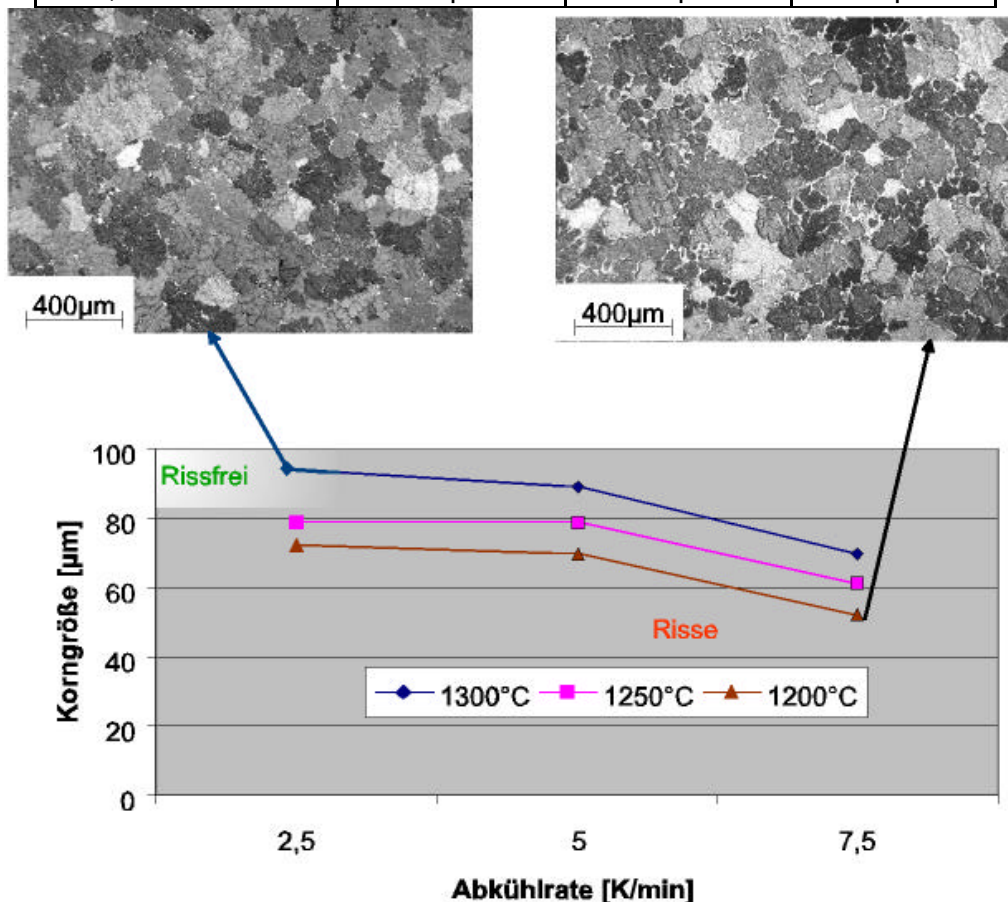


Bild 6: Der Einfluss der Formtemperatur ist deutlich erkennbar, ebenso der Einfluss der Abkühlrate. Ferner konnte mit der eingesetzten Frontschicht, Kobalt-Meta-Silikat, die anwendungsrelevante 100 µm-Grenze unterschritten werden. Alle Versuche zeigen bei konstanter Formtemperatur die gleiche Abhängigkeit von der Abkühlrate. Der Vergleich der Extremfälle im Schliffbild (Formtemperatur 1200°C und Abkühlrate 7,5 K/min und Formtemperatur 1300°C und Abkühlrate 2,5 K/min) zeigt deutlich den kornfeinenden Einfluss der Prozessparameter auf die Kornstruktur. Jedoch ist auch die geringe Korngröße unterhalb 100 µm erkennbar.

Tabelle 3: Die angegebenen Abkühlraten wurden jeweils im Temperaturintervall von 1100°C bis 600 °C eingestellt, die Gießtemperatur betrug in allen Fällen 1700°C. Der Kornfeinungseffekt infolge der Variation der Gießparameter und der veränderten Frontschicht (Kobalt-Zirkonium-Silikat) ist erkennbar. Grau unterlegt ist die Parameterkombination, welche es ermöglichte, ein rissfreies Bauteil zu entformen. Bei allen Parameterkombinationen wurde die 100 µm-Grenze unterschritten.

		1200 °C	1250 °C	1300 °C
2,5	K/min	69 µm	80 µm	91 µm
5,0	K/min	62 µm	75 µm	75 µm
7,5	K/min	51 µm	66 µm	68 µm

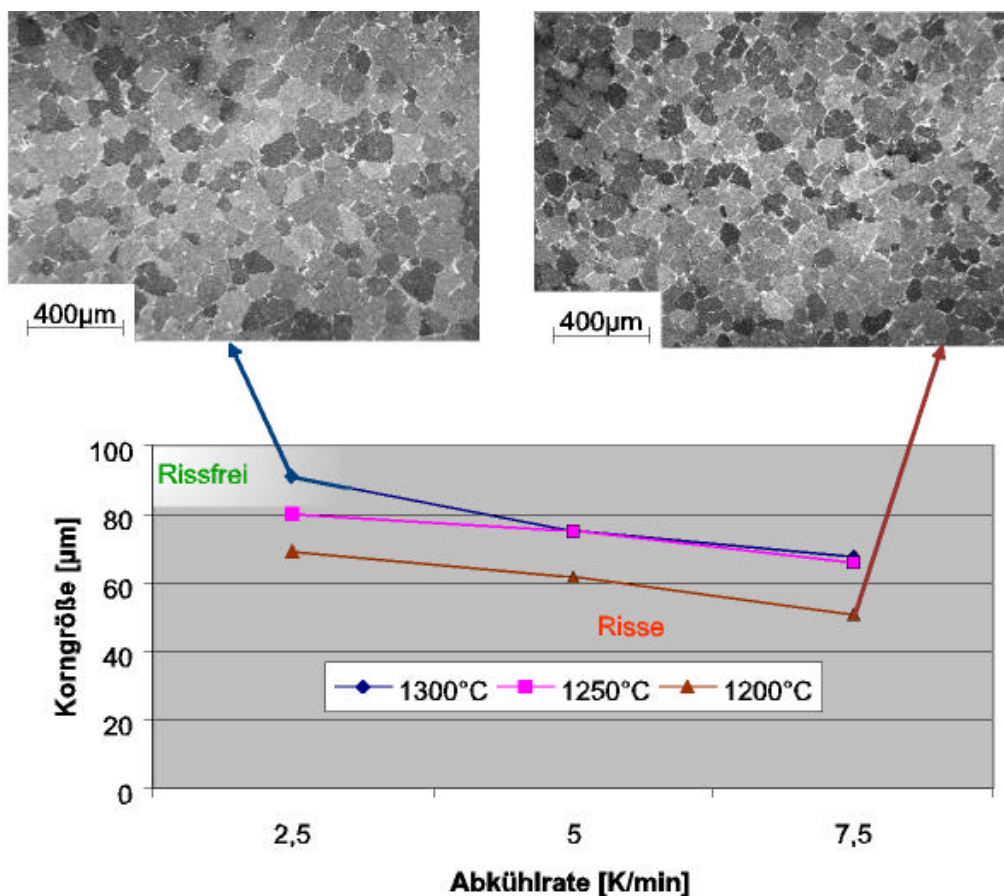


Bild 7: Bei allen Versuchen konnte die anwendungsrelevante 100 µm-Grenze unterschritten werden. Auffallend im Rahmen dieser Versuchsreihe ist, dass bei einer Formtemperatur von 1300°C und 1250°C und einer Abkühlgeschwindigkeit von 5 K/min die Herabsetzung der Formtemperatur keinen Einfluss auf die Kornstruktur besitzt. Die Gefügebilder der beiden Extremfälle verdeutlichen den Kornfeinungseffekt, sowohl bezüglich der Prozessparameter, als auch der veränderten Frontschicht.

Parallel zu den Simulationen sind vergleichende Abgüsse des Hitzeschildes mit Temperaturmessungen in unterschiedlichen Bereichen des Hitzeschildes durchgeführt worden.

3.1 Darstellung und Diskussion der Ergebnisse

Aus Gründen der Übersichtlichkeit werden die Ergebnisse in die Unterpunkte Formfüllung, Erstarrung, Porosität und Eigenspannungen unterteilt.

6 3.1.1 Formfüllung

Die Ergebnisse der numerischen Formfüllsimulation zeigen deutlich unterschiedliche Abhängigkeiten von der Formschalentemperatur bei den Gießtemperaturen 1650°C und 1750°C. **Bild 8** zeigt das Temperaturfeld nach vollendeter Formfüllung bei einer Gießtemperatur von 1750°C und einer Formtemperatur von 1100°C. Zu diesem Zeitpunkt liegt im Hitzeschild ein homogenes Temperaturfeld unterhalb der Liquidustemperatur von 1600°C vor. Die Temperaturen im Anschnitt betragen zwischen 1630°C und 1640°C. Im Speiser bildet sich ein Wärmezentrum mit 1670°C. Während der Formfüllung liegt die Schmelzetemperatur bei diesen Parametereinstellungen stets über der Liquidustemperatur. Eine Absenkung der Formschalentemperatur auf 950°C bewirkt während der Formfüllung niedrigere Temperaturen im Hitzeschild. Die Temperaturen im Speiser ändern sich gegenüber den Temperaturen bei einer wärmeren Formschale nicht. Zum Ende der Formfüllung kehren sich die Verhältnisse um. Das Hitzeschild zeigt nun gleiche Temperaturen wie beim Abguss in die 1100°C warme Formschale. Der Speiser dagegen ist 20K kälter.

Bei einer Gießtemperatur von 1650°C existiert diese Abhängigkeit von der Formschalentemperatur nicht. Während der gesamten Formfüllung liegen die Temperaturen im Hitzeschild unter 1600°C. Die weiteren Bereiche der Geometrie kühlen zum Ende der Formfüllung ebenfalls auf diese Temperatur ab. Bei einer Formfüllung von 100% liegen die Temperaturen des Hitzeschildes unter der Liquidustemperatur, **Bild 9**. Dieses Temperaturfeld stellt sich unabhängig von den gewählten Formschalentemperaturen ein, die zwischen 1050°C und 1200°C liegt.

7 3.1.2 Erstarrung

Die **Bilder 10** bzw. **11** zeigen Abkühlkurven während der Erstarrung aus der Simulation bzw. gemessene Abkühlkurven beim Abguss. In beiden Fällen sind die Parametereinstellungen $T_{\text{Gieß}} = 1750^\circ\text{C}$ und $T_{\text{Form}} = 1100^\circ\text{C}$. Beide Abbildungen belegen den herrschenden Temperaturgradienten zwischen Eckbereichen des Hitzeschildes und dem Speiser während der Erstarrung. Es fällt allerdings auf, dass insbesondere die Temperaturen in den äußersten Eckbereichen in der Realität niedriger und gleichzeitig dort die Abkühlgeschwindigkeiten höher sind als in der Simulation. Die Temperaturen im Anschnitt und Speiser stimmen gut überein, jedoch ist die Abkühlgeschwindigkeit im Speiser in der Realität niedriger. Die Temperaturmessungen zeigen weiterhin, dass sich in der Realität offenbar am Ende der Formfüllung kein homogenes Temperaturprofil im Hitzeschild einstellt.

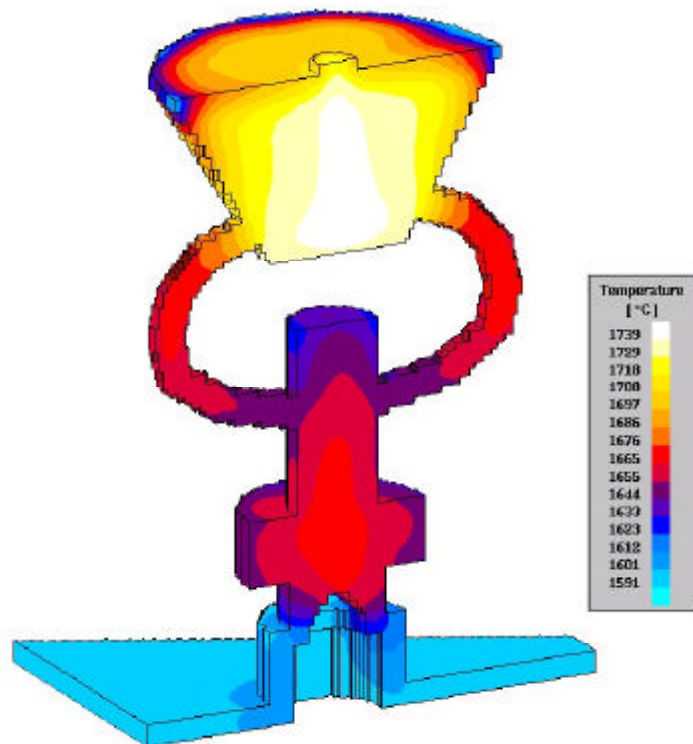


Bild 8: Nach vollendeter Formfüllung herrschen im Hitzeschild Temperaturen unterhalb T_L . Die Temperatur im Speiser liegt unwesentlich höher um T_L (Formfüllung: 100%, $T_{\text{Gieß}}$: 1750°C, T_{Form} : 1100°C, Zeit : 7 s).

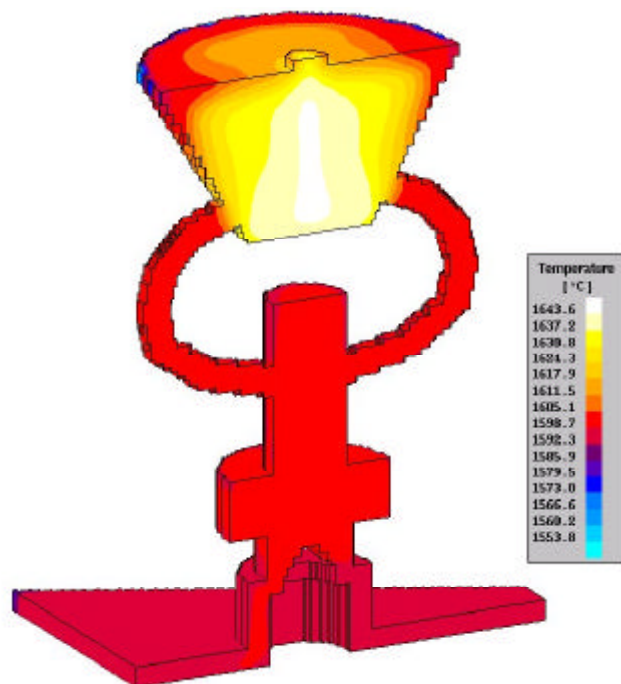


Bild 9: Nach vollendeter Formfüllung herrschen im Hitzeschild Temperaturen unterhalb T_L . Die Temperatur im Speiser liegt unwesentlich höher um T_L (Formfüllung: 100%, $T_{\text{Gieß}}$: 1600°C, T_{Form} : 1100°C, Zeit : 7 s).

Eine Erklärung der Unterschiede in den Temperaturverläufen liegt in der Tatsache, dass in der Simulation von einer homogenen Formschalentemperatur ausgegangen wird. Dies ist in der Realität nicht der Fall. Dort sind Eckbereiche der Formschale kälter als Bereiche in Anschnitt- oder Speisernähe. Dies erklärt sowohl die niedrigeren Temperaturen, als auch die höheren Abkühlgeschwindigkeiten in den Eckbereichen.

8 3.1.3 Porosität

Ein wichtiges Kriterium bei der Erstarrung ist die schrumpfungs- und speisungsbedingte Porosität. Die auftretenden Porositäten und Lunker im Speiser und im Übergangsbereich vom Hitzeschild zum Zapfen, **Bild 12**, treten bei allen gewählten Gieß- und Formschalentemperaturen auf.

Zusätzlich kommt es bei einer Gießtemperatur von 1650°C und einer Formschalentemperatur von 1050°C zu Porositäten im Anschnittbereich. Das Hitzeschild ist in der Simulation porenfrei.

Ein Vergleich der berechneten und realen Lunker im Speiser ist in Bild 10 dargestellt. Die in diesen Bereichen berechnete Porosität zeigt eine sehr gute Übereinstimmung mit den realen Verhältnissen.

Da NiAl-Basis-Legierungen im HT-Bereich die Ni-Basis-Superlegierungen teilweise substituieren sollen, ist ein Vergleich des Erstarrungsverhaltens dieser beiden Legierungsgruppen interessant. Im Rahmen dieser Arbeit sind die Legierung FG 75 und die Superlegierung IN 939 bezüglich der Neigung zur Porosität verglichen worden.

Bild 13 verdeutlicht, dass diese bei der NiAl-Basis-Legierung deutlich größer ist. Dies hat zur Folge, dass für Bauteile aus NiAl-Basis-Legierungen, die Konstruktion und das Gießsystem nicht ohne Einschränkungen von den Superlegierungen übernommen werden können. Die Bauteilgeometrie muss den besonderen Anforderungen der NiAl-Basis-Legierungen angepasst werden.

9 3.1.4 Thermische Eigenspannungen

Bei der weiteren Abkühlung nach vollständiger Erstarrung kommt es zur Bildung von Eigenspannungen im Gussstück. Die Höhe der Eigenspannungen sind dabei abhängig von der Abkühlgeschwindigkeit. Im Gussstück existieren dabei mehrere Stellen mit ausgeprägten Spannungserhöhungen, **Bild 14**. Diese Stellen liegen an der Innen- und Außenseite des Anschnitts, im Zapfenbereich, an der schrägen Außenkante des Hitzeschildes und in einem Ring um den Zapfen auf der Unterseite des Hitzeschildes. Während die Spannungen an der Außenseite des Anschnitts und im Zapfenbereich kaum durch eine Erniedrigung der Abkühlrate beeinflusst werden, zeigen die Spannungen an der Innenkante des Anschnitts und der Außenkante des Hitzeschildes eine deutliche Abhängigkeit. So werden die durch die Siemens AG KWU, Mülheim gemessenen Werte der Zugfestigkeit bei einer Abkühlrate von 30 K/min in diesen Bereichen überschritten. Bei einer Abkühlrate von 2,5 K/min werden die gemessenen Werte nicht erreicht.

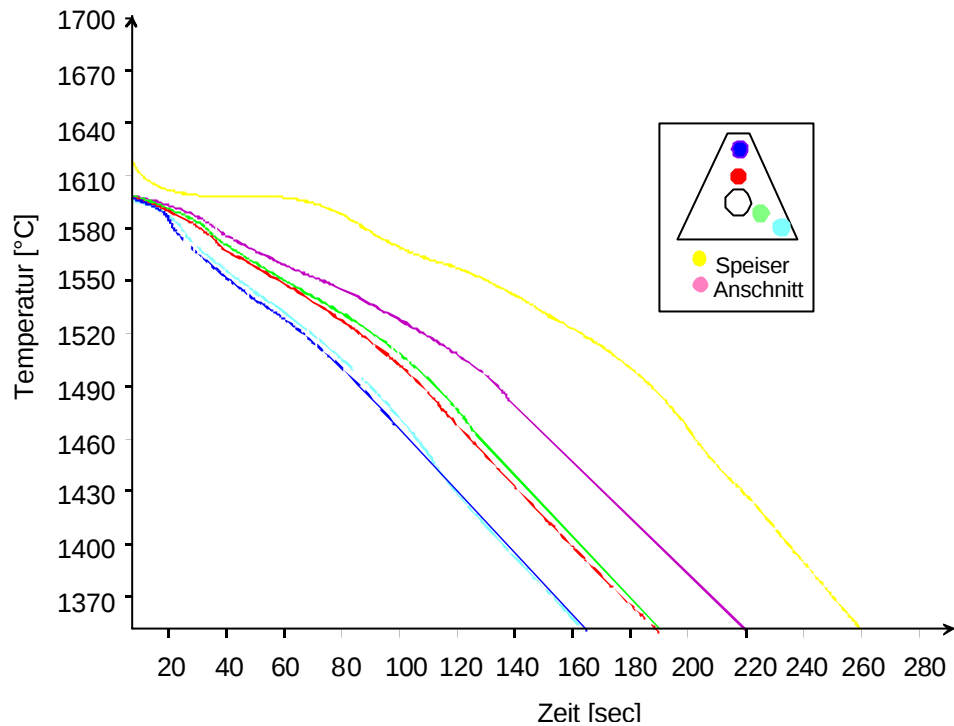


Bild 10: Die berechneten Abkühlkurven bei $T_{\text{Gieß}} 1750^\circ\text{C}$ und $T_{\text{Form}} 1100^\circ\text{C}$ zeigen den Temperaturgradienten während der Erstarrung. Thermoelemente in Eckbereichen zeigen niedrigere Temperaturen an als die Thermoelemente in Zapfennähe, im Zapfen und Speiser. Eine Unterkühlung ist nicht zu erkennen, wohl aber ein Halten auf T_L im Speiser.

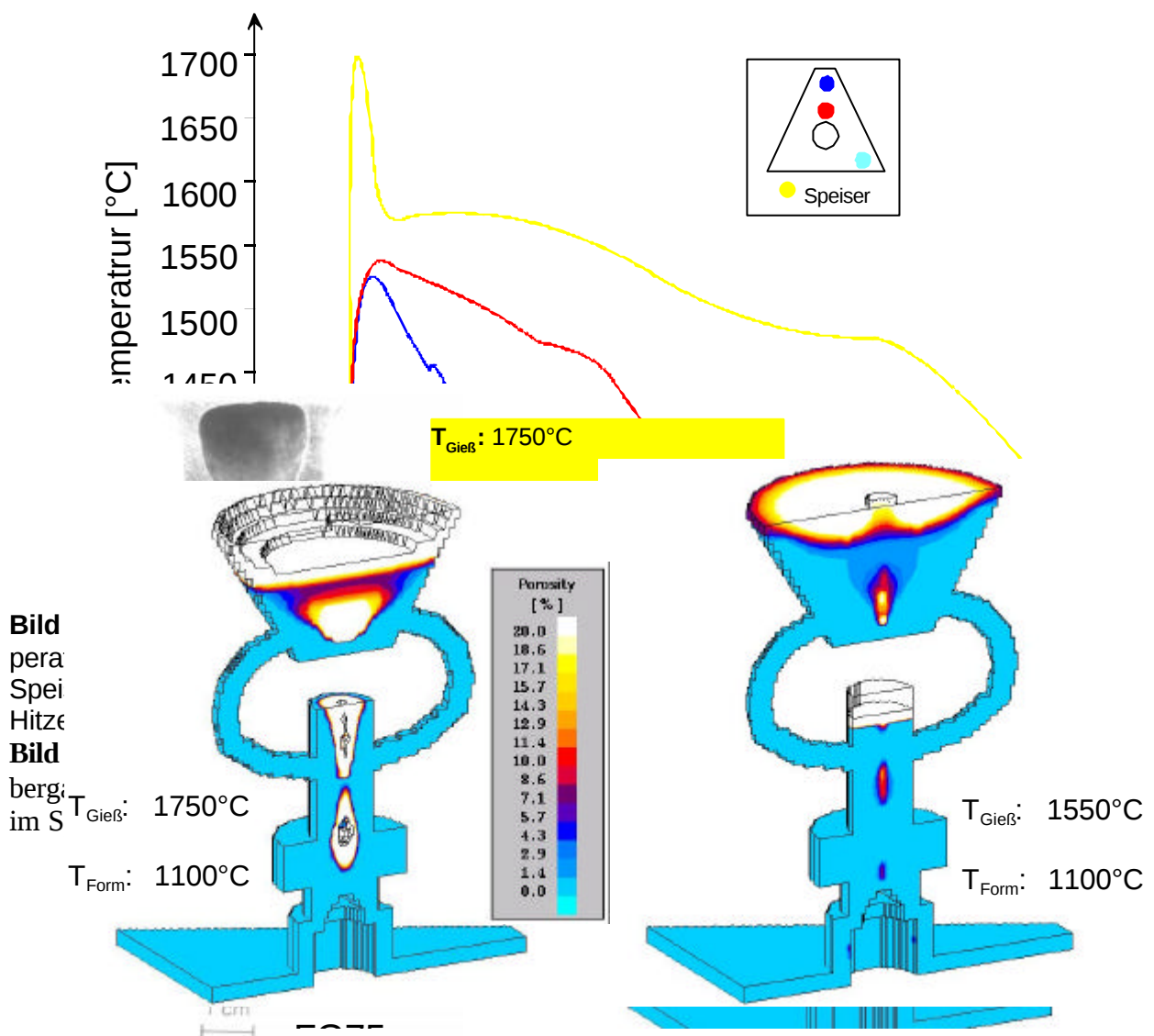


Bild 13: Die Ni-Basis-Superlegierung IN 939 zeigt ein deutlich besseres Speisungsverhalten als die NiAl-Basis-Legierung FG 75. Bei der gießtechnischen Konstruktion von Bauteilen reicht es also nicht aus, Ni-Basis-Superlegierungen durch NiAl-Basis-Legierungen zu ersetzen, da zusätzlich die schlechteren Gießeigenschaften berücksichtigt werden müssen.

Dies erklärt die Tatsache, dass Hitzeschilde mit einer Abkühlgeschwindigkeit größer als 2,5 K/min bisher nicht rissfrei hergestellt werden konnten. Zusätzlich zeigen die Simulationsergebnisse, dass bei allen Abkühlraten der größte Spannungsanstieg bis zu einer Abkühlung auf 1000°C erfolgt, so dass die Wahrscheinlichkeit einer Rissinitiation in dem Temperaturbereich bis 1000°C am größten ist.

4 Sonstige Arbeiten

Im Rahmen der mehrjährigen Zusammenarbeit wurden in enger Abstimmung mit der Siemens AG KWU, Doncasters Precision Castings-Bochum und dem Max-Planck-Institut für Eisenforschung folgende Beiträge/Veröffentlichungen auf nationalen und internationalen Konferenzen, sowie in Fachzeitschriften erstellt:

W. Hermann et al.: Intermetallische NiAl-Komponenten für Systeme zur umweltfreundlichen Energiewandlung, Werkstoffwoche 98, Band 3, S.43-48, München, 1998

F. Scheppe et al.: Einfluss verschiedener Kornfeinungsmechanismen auf das Werkstoffverhalten von NiAl-Legierungen, Erstarrung metallische Schmelzen in Forschung und Gießereipraxis, DGM, Aachen, 1999

F. Scheppe et al.: Progress in adapting the investment casting of NiAl, MRS Fall Meeting 1998, Symposium KK, Boston, 1999

F. Scheppe et al.: Investment casting of Intermetallic NiAl-Ta-Cr alloys for low pollution power conversion, Euromat 1999, Symposium Functional Materials, München, 1999

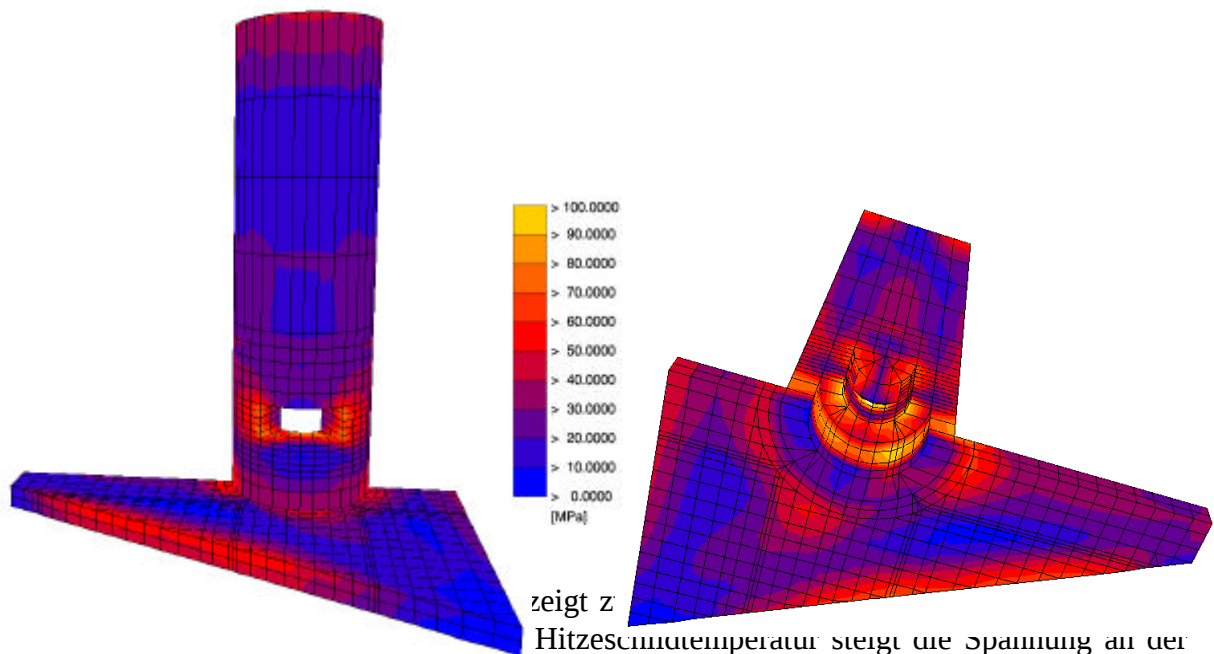
F. Scheppe, E. Schaberger, P.R. Sahm: Neuer Ansatz zur farblichen Visualisierung der Kornstruktur von intermetallischen NiAl-Legierungen, Praktische Metallographie, Heft 05/2000, Saarbrücken, 2000

F. Scheppe et al.: Nickel Aluminides: A Step Towards Industrial Application, TMS, ICSFI 2000, Vancouver, 2000

F. Scheppe et al.: Comparison of the numerical simulation and the cast process of Nickel Aluminides, eds. P.R. Sahm, P.N. Hansen, J.G. Coinley, Shaker Verlag, S.207-214, Aachen, 2000

Weiterhin wurden in enger Zusammenarbeit mit Doncasters Precision Castings-Bochum Probenplatten für die Ermittlung mechanischer Kennwerte hergestellt. Der Schwerpunkt im Rahmen dieser Arbeiten lag bei der Optimierung des Anschmitt- und Speisersystems mit Hilfe der numerischen Simulation. Die Abgüsse erfolgten bei Doncasters in Bochum, mit dem dort eingesetzten Formschalensystem.

Bezüglich einer Leitschaukelgeometrie konnte gezeigt werden, dass es möglich ist, ein vollgegossenes Airfoil rissfrei zu gießen. Alle weiteren Arbeiten zu diesem Thema wurden von Seiten des Auftraggebers gestoppt, da ein möglicher Einsatz einer NiAl-Leitschaukel nach dem jetzigen Stand nicht in Erwägung gezogen werden kann.



B

B

Anschnittkante auf 110 MPa und im Zapfenbereich auf 70 MPa an (Abkühlrate: 2,5 K/min, Temperatur: 1000°C).

5 Zusammenfassung

Im Rahmen der Realisierung von Bauteilen aus NiAl-Basis-Legierungen wurde in dieser Arbeit der Schwerpunkt auf Optimierung der Herstellungstechnologie gelegt. Hier konnten vor allem bei der Feingusstechnik und der Formschalentechnologie Fortschritte erzielt werden. Es konnte gezeigt werden, dass mit einem weichen Formschalensystem Bauteile auf Basis der oben genannten Legierungen rissfrei hergestellt werden konnten. Vielmehr war es möglich durch eine gezielte Prozessführung und sehr genaue Einstellung der Prozessparameter, eine verbesserte Gefügestruktur hinsichtlich der Korngröße einzustellen. Ferner konnten zwei unterschiedliche Frontschichtkeramiken erfolgreich zur zusätzlichen Kornfeinung entwickelt werden.

Da diese Legierung nicht einfach zu vergießen ist, ist die Entwicklung neuer Keramikformen bzw. Hitzeschildgeometrien eingeschränkt. Wie bereits erwähnt, wird die Metallkontraktion während der Erstarrung durch Bohrungen, Formschrägen und Hinterschneidungen behindert. Es bilden sich Eigenspannungen, die zu Rissen im Bauteil führen können. Aus diesem Grund gelten alle erzielten Ergebnisse nur für die verwendete Geometrie eines Hitzeschildes aus einer stationären Gasturbine der Siemens AG KWU. Um in diesem Zusammenhang das gesamte Potential der NiAl-Basis-Legierungen auszuschöpfen, ist eine systematische Untersuchung der einzelnen Verfahrensschritte bei der gießtechnischen Herstellung unumgänglich. Es muss möglich sein, geometrieunabhängige Prozessparameter zur Herstellung rissfreier NiAl-Bauteile zu entwickeln.

In diesem Zusammenhang kann die numerische Simulation von sehr großer Hilfe sein. Diese Arbeit bietet die Grundlage dafür, dass die numerische Formfüll- und Erstarrungssimulation mit dem Programm MAGMASoft auf im Feingussverfahren hergestellte Bauteile aus NiAl-Legierungen anwendbar ist. Ebenso zeigt der Vergleich von errechneter und realer Porosität sehr gute Übereinstimmung, so dass die numerische Simulation ein nützliches Werkzeug für die gießtechnische Auslegung von Bauteilen für den Hochtemperatureinsatz darstellt.

Auch die numerische Simulation der Eigenspannungen mit dem Programm CASTS entspricht den praktischen Erfahrungen. Entscheidend für die Optimierung der Prozessführung war die Erkenntnis, dass die höchsten Spannungen während der Abkühlung im Temperaturbereich um 1000°C entstehen, unabhängig von der Abkühlrate. Da dies gleichzeitig der Temperaturbereich des Spröd-Duktile Überganges ist, besteht bei der Abkühlung in diesem Bereich die höchste Rissanfälligkeit. Mit diesen Erkenntnissen wurde die Gießtechnik dahingehend optimiert, dass reproduzierbar rissfreie Hitzeschilder hergestellt werden konnten.

Abschließend ist anzumerken, dass es bei der Weiterentwicklung der Gießtechnik von Legierungen auf Basis der intermetallischen Phase NiAl ein Umdenken hinsichtlich des Modelldesigns und der Prozessoptimierung stattfinden muss. Es müssen im Vergleich zu den bekannten Superlegierungen neue Wege bei der gießgerechten Auslegung der Formen und der Prozesse beschritten werden.

6 Literatur

- | | |
|-----------------|---|
| R. Darolia 1991 | R. Darolia: NiAl Alloys for High Temperature Structural Applications, JOM 43 (3), S.44-49, 1991 |
| R. Darolia 1993 | R. Darolia: NiAl for Turbine Airfoil Applications, Proc.1 Int. Symp. |

- On Structural Intermetallics, TMS, Warrendale, S.495-504, 1993
- P. Esslinger 1991 P. Esslinger, W. Smarsly: MTU Focus, S.36, 1991
- J. Guan 1994 J. Guan: Entwicklung eines 3D-FEM-Programmoduls zur Simulation thermischer Eigenspannungen in Gießprozessen sowie Anwendungen für die Optimierung von Gußbauteilen, Verlag Mainz, Wissenschaftsverlag, Dissertation Gießerei-Institut, RWTH-Aachen, 1994
- W. Hermann 1998 W. Hermann et al.: Intermetallische NiAl-Komponenten für Systeme zur umweltfreundlichen Energiewandlung, Werkstoffwoche 98, Band 3, S.43-48, München, 1998
- M. Klaassen 2002 M. Klaassen: Entwicklung eines SiO₂-freien Formschalensystems, (Arbeitstitel) Dissertation in Vorbereitung, Giesserei-Institut RWTH Aachen, 2002
- M.D. Lipinski 1994 M.D. Lipinski: Mold Filling Simulation for Casting Processes, Shaker-Verlag Aachen, Dissertation Gießerei-Institut, RWTH-Aachen, 1994
- R.D. Noebe 1997 R.D. Noebe, W.S. Walston: Prospects for the Development of Structural NiAl Alloys, NASA Lewis Research Center, Cleveland und GE Aircraft Engines, Cincinnati, 1997
- P.R. Sahm 1983 P.R. Sahm et. al: Das rechnerische Simulieren und Modellieren von Erstarrungsvorgängen beim Formguß, Giessereiforschung 35, S.35-42, 1983
- B.A. Zeumer 1994 B.A. Zeumer: Zur Entwicklung von Laves-Phasen-verstärkter NiAl- Basislegierungen für Anwendung bei hohen Temperaturen, Fortschrittsbericht Reihe 5, VDI-Verlag, Düsseldorf, 1994