

BMBF-Verbundprojekt 03N200 9E

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

Teilprojekt

Werkstoffcharakterisierung und -optimierung

Max-Planck-Institut für Eisenforschung GmbH

Arbeitspaket A1: NiAl-Ta-Cr-Legierungen

Schlussbericht

01.01.1997 - 30.09.2001

Projektleiter: Priv.-Doz. Dr. G. Sauthoff, Prof. Dr. G. Frommeyer

Bearbeiter: Dr. M. Palm

Zusammenfassung	1
1. Zielsetzung	1
2. Arbeitsprogramm	2
2.1. Legierungsstabilität	2
2.2. Legierungsoptimierung	2
2.3. Zeitstandfestigkeit	3
2.4. Korrosionsverhalten	3
2.5. Untersuchungen an Material der Projektpartner	4
3. Ergebnisse	5
3.1. Untersuchungen zur Legierungsstabilität	5
3.1.1. Gefügeuntersuchungen und Zusammensetzungen der Phasen in FG 75 und PM 75	5
3.1.1.1. Charakterisierung der Ausgangszustände	5
3.1.1.2. Metallographische Untersuchung und Phasenanalyse wärmebehandelter Proben	6
3.1.1.3. Bestimmung der Volumenanteile der einzelnen Phasen	6
3.1.1.4. Auslagerung nahe dem Schmelzpunkt	6
3.1.2. Röntgenbeugungsuntersuchungen an IP 75	7
3.1.2.1. Röntgenographische Untersuchung der Ausgangszustände	7
3.1.2.2. Röntgenographische Untersuchung nach Wärmebehandlung zwischen 1200 und 1400°C	8
3.1.3. Untersuchungen mittels Differentialthermoanalyse (DTA) an IP 75	8
3.1.4. Bestimmung der thermischen Ausdehnungskoeffizienten von FG 75 und PM 75	9
3.1.5. Untersuchung der Legierungsstabilität bei Temperaturwechselbeanspruchung	9
3.1.5.1. Untersuchung des Verhaltens von IP 75 bei Temperaturwechselbeanspruchung 60x 1250°C & RT in 720 h	9
3.1.5.2. Langzeitverhalten von FG 75 und PM 75 in oxidierender Atmosphäre bei Temperatur-Wechselbeanspruchung	10
3.2. Untersuchungen zur Legierungsoptimierung	11
3.2.1. Variation des Ni:Al-Verhältnis	11
3.2.2. FG 75 mit Zusätzen von 0,1 At.% Hafnium und Zirkonium	11
3.2.3. IP 75 mit 0,025 At.% Hafnium (optimierte Legierungszusammensetzung)	12
3.3. Untersuchungen zum mechanischen Verhalten, insbesondere zur Zeitstandfestigkeit	
3.3.1. 0.2%-Dehngrenzen	13
3.3.2. Zähigkeit K_{IC}	13
3.3.3. Zeitstandversuche (Einzellastversuche)	13
3.3.4. Kriechverhalten von FG 75 und PM 75 bei 1200 bis 1300°C	13
3.3.5. Druckversuche an FG 75 mit Temperaturwechsel	14
3.3.6. Zugversuche an PM 75 mit unterschiedlicher Oberflächenbeschaffenheit	15
3.4. Untersuchungen zum Korrosionsverhalten	15
3.4.1. Untersuchung der während eines Zeitstandversuchs gebildeten Oxidschicht	15
3.4.2. Thermogravimetrische Bestimmung des Oxidationsverhalten von FG 75 und PM 75	15
3.4.3. Hochtemperatur-Röntgenbeugung an FG 75	16
3.4.4. Oberflächenuntersuchungen an oxidierten Proben von FG 75	16
3.4.5. Zyklische Oxidation von FG 75	18
3.4.6. Langzeitverhalten von FG 75 und PM 75 unter simulierten Einsatzbedingungen	18
3.4.6.1. FG 75 nach 1200°C/Luft/ 17904 h (ohne Temperaturwechsel)	18
3.4.6.2. FG 75 nach 1200°C & RT/Luft/ 17904 h (mit Temperaturwechseln)	19

3.4.6.3. PM 75 nach 1200°C/Luft/17904 h (ohne Temperaturwechsel)	19
3.4.6.4. PM 75 nach 1200°C & RT/Luft/12672 h bzw. 11540 h (mit Temperaturwechsel)	19
3.4.6.5. Röntgenographische Untersuchung der abgeplatzten Oxide	20
3.4.6.6. Zusammenfassende Darstellung der Oxidation von FG 75 und PM 75 unter simulierten Einsatzbedingungen	21
3.4.6.7. Oxidation von IP 75 mit Zusätzen von Hf und Zr unter simulierten Einsatzbedingungen	22
3.5. Untersuchungen an Material der Projektpartner	22
3.5.1. Untersuchungen an Probenplatten der Fa. DPC	22
3.5.1.1. Mikrostruktur	23
3.5.1.2. DTA-Untersuchungen	23
3.5.1.3. Thermischer Ausdehnungskoeffizient	24
3.5.1.4. Mechanisches Verhalten	24
3.5.1.5. Oxidation	24
3.5.2. Untersuchungen an Testhitzeschilden der Fa. DPC	24
3.5.3. Untersuchungen des für die Fa. DPC im Kaltwandtiegel hergestellten Materials	24
3.5.4. Untersuchungen an Material aus der von DPC produzierten Meisterschmelze	25
3.5.5. Untersuchungen an einer von DPC hergestellten Schmelze mit Zusätzen von Y, Hf und Zr	25
3.5.6. REM-Untersuchungen an einer Probenplatte vom GI	26
3.5.7. Untersuchungen zur Optimierung der Produktion von PM 75 bei DPC	26
3.5.8. Röntgenographische Untersuchung des von H.C. Starck produzierten Pulvers von IP 75	27
3.5.9. Untersuchung von MIM-Proben vom Projektpartner GKN Sinter Metals	28
3.5.10. Untersuchungen zum Beschichtungsverhalten von PM 75 auf verschiedenen Ni- und Co-Basislegierungen	28
4. Verzeichnis der zitierten Literatur	31

Anhang

Tabellen 1 bis 11
Abbildungen 1 bis 80

Zusammenfassung

Pulvermetallurgisch und im Feinguss hergestellte Legierungsvarianten der mit Laves-Phasen verstärkten NiAl-Basis-Legierung IP 75 (Zusammensetzung 45 Al, 45 Ni, 2,5 Ta und 7,5 Cr in At.%) wurden hinsichtlich Legierungsstabilität, Legierungsoptimierung, Zeitstandfestigkeit und Korrosionsverhalten eingehend untersucht. Beide Legierungsvarianten zeigen bis zu einer Temperatur von 1470°C keine Phasenumwandlungen und die Gefüge sind bei hohen Temperaturen über sehr lange Zeiträume stabil. Umfangreiche Tests unter simulierten Einsatzbedingungen ergaben ebenfalls eine ausgezeichnete Stabilität von IP 75. Als Resultat eingehender Untersuchungen des mechanischen Verhaltens und insbesondere der Zeitstandfestigkeit wurde eine vollständige Datenbasis erstellt. Das Oxidationsverhalten wurde vom Anfangsstadium bis hin zu sehr langen Zeiten im Temperaturbereich 600 bis 1300°C untersucht. Durch die Bildung gut haftender Al₂O₃-Schichten weist IP 75 eine hervorragende Oxidationsbeständigkeit auf. Durch Zulegieren von 0,1 Gew.% Hf konnte die Haftung der Oxidschicht unter Temperaturwechselbedingungen noch weiter verbessert werden. Die erzielten Ergebnisse wurden in einer Reihe von Veröffentlichungen publiziert [1-7] und es wurden zwei Patente erteilt [8,9].

1. Zielsetzung

In vorausgegangenen Grundlagenprojekten wurde eine NiAl-Ta-Cr-Legierung (IP 75) entwickelt, die aufgrund ihrer ausgezeichneten chemischen Resistenz und ihrer guten thermodynamischen Stabilität, verbunden mit einem sehr hohen Schmelzpunkt, ein hohes Entwicklungs- und Einsatzpotential als Hochtemperaturkonstruktionswerkstoff aufweist. Das vorliegende Projekt sollte dazu dienen, diese Legierung nach Abschluss der Entwicklungsphase in den technischen Einsatz zu überführen. Dafür sollten aus diesem hochtemperaturresistenten und vergleichsweise leichten Konstruktionswerkstoff Bauteile hergestellt werden und im Bereich extremer Anwendungsbedingungen - Temperaturen weit oberhalb 1000°C bei gleichzeitiger mechanischer Belastung in stark korrosiven (oxidierenden) Atmosphären - erprobt werden.

Um dieses anspruchsvolle Ziel zu erreichen, wurde ein Katalog von wissenschaftlichen und technischen Arbeitszielen definiert:

- Verbesserung der Hochtemperaturfestigkeit
- Verbesserung der Kriechresistenz zwischen 1000 und 1200°C
- Steigerung der Duktilität zwischen RT und 600°C
- Steigerung der Oxidations- und Korrosionsresistenz
- Bereitstellung der Herstellungstechnologien
- Bereitstellung der Be- und Verarbeitungstechnologien

Innerhalb dieses Aufgabenkataloges wurde am MPI für Eisenforschung GmbH im Arbeitsbereich von Herrn Priv.-Doz. Dr. Sauthoff das Arbeitspaket A1 *Werkstoffcharakterisierung und -optimierung der NiAl-Ta-Cr-Legierungen* bearbeitet. In enger Kooperation mit der für die Erprobung des Werkstoffes zuständigen Firma (Siemens Power Generation, vormals Siemens KWU) und den für die Bereitstellung der Be- und Verarbeitungstechnologien verantwortlichen Firmen GKN Sinter Metals Service (vormals Krebsöge GmbH; MIM Technologie) und DONCASTERS Precision Castings – Bochum (vormals TFB Feingusswerk Bochum GmbH; Meisterschmelzentechnologie und Feingusstechnik) ist für dieses Teilprojekt ein umfangreiches Arbeitsprogramm aufgestellt worden, das vollständig den Zielsetzungen entspricht und im folgenden näher erläutert werden soll.