

## **MM 4 - Experimentelle Bestimmung der Phasenzusammensetzung und Erstarrungsmorphologie und Vergleich mit thermodynamischen Berechnungen mittels ThermoCalc und Dictra**

### **Projektleitung**

Prof. Dr. Uwe Glatzel, Dr. Rainer Völkl

Lehrstuhl Metallische Werkstoffe, Fakultät für Angewandte Naturwissenschaften, Universität Bayreuth

### **Fragestellungen des Projekts**

Die Steigerung der Einsatztemperatur bei Nickelbasislegierungen wird früher oder später an die physikalische Grenze der Schmelztemperatur stoßen. Am Lehrstuhl Metallische Werkstoffe der Universität Bayreuth werden neue Legierungssysteme entwickelt, unter anderem Nickelbasislegierungen mit abgesenkter Dichte [1,2], Platinbasislegierungen [3] und Beschichtungen [4]. Insbesondere die Platinbasislegierungen sollten auf Grund der höheren Schmelztemperatur des Basismetalls eine deutliche Steigerung der Einsatztemperatur ermöglichen. Bei diesen Legierungen ist es möglich eine den Nickelbasislegierungen ähnliche Mikrostruktur zu erhalten. Ziel des Projektes ist die Legierungsentwicklung durch Simulationen zu unterstützen und Vorhersagen über den Einfluss der Variation bestimmter Elementkonzentration auf die Phasenbildung und Phasenanteile bei vorgegebener Konzentration und Wärmebehandlung treffen zu können. Mittels Berechnungen zu Diffusionskontrollierter Phasenbildung ist es möglich die Kinetik der Phasenbildung zu simulieren. Dies ermöglicht insbesondere die Optimierung von Wärmebehandlungen und den zeitlichen Ablauf bei Beschichtungen.

Für die Nickelbasislegierungen und die bei Beschichtungen verwendeten Metalle stehen kommerzielle Datenbanken zur Verfügung, wobei in Spezialfällen noch Phasenzusammensetzungen analog zu [4] bestimmt werden müssen um dann die vorhandenen Datenbanken erweitern zu können.

Für Platinbasislegierungen ist zur Zeit keine kommerzielle Datenbank erhältlich. In Zusammenarbeit mit Dr. L. Cornish (MINTEK, Südafrika) und S. Prins (CSIR, Südafrika) sind hier Forschungstätigkeiten zum Aufbau einer Datenbank für Pt mit den Legierungselementen Cr, Ni, Al, Ru, Re, W und anderen im Gange.

## Stand der Forschung

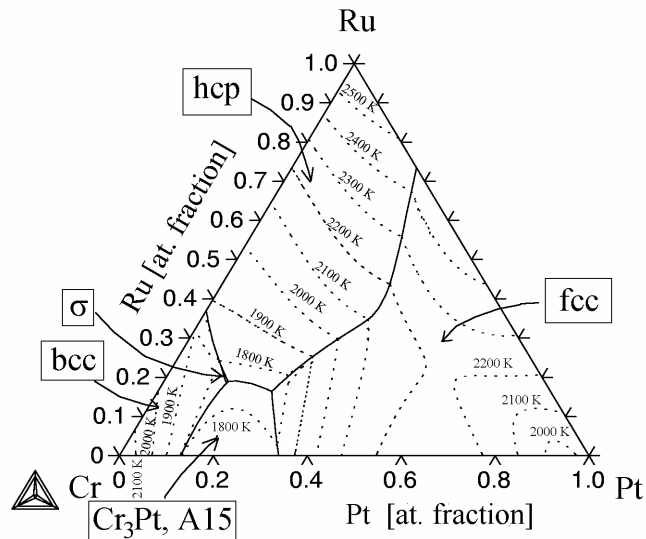
ThermoCalc<sup>TM</sup> und Dictra<sup>TM</sup> sind verbreitete Software zur thermodynamischen Berechnung der Phasenbildung, einmal im Gleichgewichtszustand und zum zweiten bei ablaufenden Diffusionsprozessen. Datenbanken stehen kommerziell und zum Teil frei erhältlich zur Verfügung. Bei noch nicht untersuchten Systemen müssen neue Daten ermittelt und in die Datenbanken eingearbeitet werden. Für Pt-reiche Legierungen gibt es bisher nur Arbeiten, die in der Gruppe um Dr. L. Cornish, MINTEK, und S. Prins, CSIR, in Südafrika unter Mitarbeit der Antragsteller in den letzten Jahren durchgeführt wurden. Hierbei wurden kürzlich die thermodynamischen Funktionen der ternären Systeme Al-Cr-Ru [5], Pt-Al-Ru [6] und Pt-Cr-Ru [7] angepasst. Das System Pt-Al-Cr wird zurzeit von R. Süss und L. Cornish bearbeitet. Sind alle 4 ternären Systeme vorhanden, so lässt sich das quaternäre System interpolieren. Die bisherigen Ergebnisse sind viel versprechend in der Hinsicht, dass Interpolation zu Systemen mit einer höheren Anzahl von Komponenten (bei den hier verwandten Elementen) brauchbare Ergebnisse liefern.

## Eigene Vorarbeiten

Die Zusammensetzung und Wärmebehandlung der Platinbasislegierungen wurde bisher in einem DFG-Projekt im Normalverfahren (Gl 181/15-1) experimentell darauf hin optimiert, dass ein möglichst hoher Volumenanteil einer zweiten, leicht verspannten intermetallischen Phase auftritt. Diese Pt<sub>3</sub>Al-Phase ist nur bis zu einer gewissen Temperatur stabil. Die umfangreich vorhandenen Daten des Systems Pt-Al-Cr-Ni (bisher mit Pt-Gehalten von 80% und mehr) sollen verwendet werden um eine Datenbasis für ThermoCalc und Dictra Berechnungen zu erstellen. Dieses Datenmaterial ermöglicht dann Vorhersagen zur Phasenbildung bei geringfügig veränderter Zusammensetzung und eine Optimierung von Wärmebehandlungstemperaturen und -zeiten.

Die Programme ThermoCalc und Dictra und Datenbanken (Stahl, Nickelbasislegierungen (TT-Ni), Standarddaten und die Mobilitätsdatenbank MOB2) sind am Lehrstuhl vorhanden.

Intensive Vorarbeiten zum System Pt-Al-Cr-Ru sind in Zusammenarbeit mit zwei Gruppen in Südafrika (Dr. Lesley Cornish, MINTEK, Johannesburg und Sara Prins, CSIR, Pretoria) während eines Forschungssemesters im Winter 2002/2003 erfolgt.



**Bild 1:** Extrapoliertes ternäres Phasendiagramm Cr-Pt-Ru. Gestrichelte Linien sind Isothermen der Liquidusfläche [7].

### Ziele des Projekts

Eine in Bearbeitung befindliche thermodynamische Datenbank soll in Kooperation mit MINTEK und CSIR in Südafrika durch Untersuchungen von Phasenanteilen und -zusammensetzung erweitert werden. Es soll festgelegt werden welche Materialdaten noch notwendig sind. Diese Materialparameter werden z.B. aus DSC-Messungen der Phasenübergangstemperaturen und aus EDX-Messungen der Phasenzusammensetzungen nach Auslagerungen bei verschiedenen Temperaturen ermittelt. Ziel ist es eine aussagekräftige Datenbank für das System Pt-Cr-Al-Ni und gegebenenfalls noch eines, maximal zweier Elemente (z.B. Ru und Re) mit Hauptaugenmerk auf die Pt-reiche Seite zu erhalten. Somit kann eine optimale Legierungszusammensetzung und Wärmebehandlung in Bezug auf einen optimierten (maximalen)  $\gamma'$  Phasenanteil berechnet werden.

Im bisherigen Verlauf der Legierungsentwicklung wurde zunächst von Knetlegierungen ausgegangen. Mit zunehmendem  $\gamma'$  Anteil erweist sich der Warmschmiedeprozess jedoch als sehr schwer handhabbar und schlecht reproduzierbar. Insofern werden am Lehrstuhl Metallische Werkstoffe zurzeit Untersuchungen durchgeführt diese Materialien Gießtechnisch herzustellen. Dies wird bei den thermodynamischen Berechnungen Berücksichtigung finden und Mikrolegierungen berechnet werden.

**Literatur zum Thema**

- [1] S. Wöllmer, T. Mack, U. Glatzel: Materials Science and Engineering A, Vol. **319A-321A** (2001), 792-795.
- [2] U. Glatzel, T. Mack, J. Wortmann, S. Wöllmer: Patente in Deutschland, Europa, USA, Japan und Kanada, DE 10100790, EP 1223229, US 2002182100, JP 2002302724 und CA 2366997.
- [3] S. Vorberg, M. Wenderoth, B. Fischer, U. Glatzel, R. Völkl: Journal of the Minerals Metals & Materials Society (JOM), Vol. **56**, No. 9 (2004), 40-43.
- [4] S. Wöllmer, S. Zaefferer, M. Göken, T. Mack, U. Glatzel: Surface and Coating Technology, Vol. **167** (2003), 83-96.
- [5] D.N. Compton, L.A. Cornish, M.J. Whitcomb: Microscopy and Microanalysis (2001), 1248-1249.
- [6] S.N. Prins, L.A. Cornish: Proc. 15. Int. Congr. Electron Microscopy (2002), 695-696.
- [7] R. Süß, U. Glatzel, S.N. Prins, L.A. Cornish: Proc. 2. Int. Conf. African Materials Research Society (2003), 141-142.

**Dissertationsthemen**

In den ersten drei Jahren der Laufzeit des Graduiertenkollegs sollen die umfangreich vorhandenen und bereits erschmolzenen Platinlegierungen mikrostrukturell untersucht werden. Insbesondere die Phasenanteile und Phasenzusammensetzung soll ermittelt werden. Hierfür steht ein neues ZEISS CrossBeam EsB Rasterelektronenmikroskop (SEM) zur Verfügung. Im Falle sehr fein ausgeschiedener Phasen werden auch transmissionselektronenmikroskopische Untersuchungen durchgeführt. Zusammen mit den und von den südafrikanischen Partnern zur Verfügung gestellten Daten soll eine Datenbank für das System Pt-Al-Cr-Ni-Re für die Pt-reiche Seite erstellt werden. Titel: "Experimentelle Bestimmung der Phasenzusammensetzung Pt-reicher Legierungen und Erfassung der thermodynamischen Funktionen mittels ThermoCalc".

Aufbauend aus den in diesem Zeitraum gewonnenen Erkenntnissen und Erfahrungen sollen in nachfolgenden Dissertationsthemen Beschichtungen und spezielle Nickelbasislegierungen, letztere in enger Kooperation mit dem Forschungsprojekt MM3 (Prof. Singer, ER) untersucht werden.

### **Übergreifende Projektbetreuung - Verknüpfungen mit anderen Projekten**

Die direkte Betreuung des Kollegiaten wird durch zwei erfahrene Doktoranden sowie Dr. Völkl und Prof. Glatzel gewährleistet. Ein intensiver Austausch mit Südafrika (MINTEK, Johannesburg und CSIR, Pretoria) sowie mit Japan (NIMS, Tsukuba) sollte in gegenseitigen Wechsel halbjährlich oder jährlich erfolgen.

Zusammenarbeit mit den Projekten **MW1** (Singer/Volek) erfolgt über die Optimierung der Wärmebehandlungsbedingungen, mit **MW2** (Pyczak/Göken) über die Abschätzung des Ru-Einfluss mittels thermodynamischer Berechnungen, mit OB2 (Göken) bei der Vorhersage von Phasen in den Haftvermittlerschichten für keramische Wärmedämmschichten. In Zusammenarbeit mit Projekt **MM1** (Völkl/Glatzel) werden Phasenzusammensetzungen bestimmt, die in diesem Projekt als Eingabegrößen benötigt werden, im Projekt **MM3** (Volek/Singer) wird der gleiche methodischer Ansatz verwendet und somit ein intensiver Austausch erfolgen.