

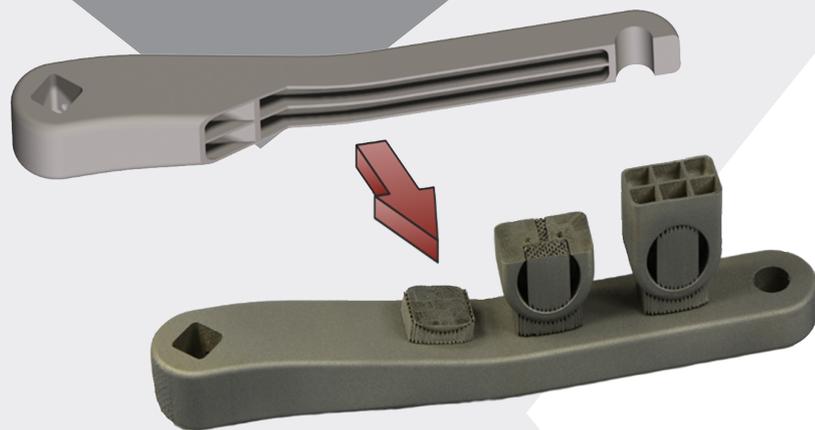


# DVM

Deutscher Verband für  
Materialforschung und -prüfung e.V.

3. Tagung des DVM-Arbeitskreises  
Additiv gefertigte Bauteile  
und Strukturen

**Additiv gefertigte Bauteile  
und Strukturen**





**DVM**

Deutscher Verband für  
Materialforschung und -prüfung e.V.

Bericht 403

## **Additiv gefertigte Bauteile und Strukturen**

3. Tagung des Arbeitskreises  
Additiv gefertigte Bauteile und Strukturen  
07. und 08. November 2018, Berlin

**Obmann: *Prof. Dr.-Ing. Hans Albert Richard,***  
**Universität Paderborn**

# VON DER PORE ZUM GEFÜGE DIE AUSWIRKUNGEN VON HEISSISOSTATISCHEM PRESSEN AUF DIE MIKROSTRUKTUR VON NICKELBASISWERKSTOFFEN

**B. Dausend, M. Eiber**

IABG mbH, Ottobrunn

## **Zusammenfassung:**

Pulvermetallurgisch hergestellte Produkte enthalten in der Regel Defekte in Form von Hohlräumen, welche sich unter statischer und zyklischer Belastung festigkeitsmindernd auswirken können. In der Praxis werden die Defekte durch zerstörungsfreie Prüfverfahren erfasst und analog zu anwendungsspezifischen Vorgaben bewertet. Zur Reduktion von Ausschußquoten werden häufig Nachbehandlungsprozesse angewendet, um durch ein Ausheilen von Fehlstellen die Bauteilqualität nachträglich zu erhöhen. Dieser Beitrag beschreibt die durch heißisostatisches Pressen induzierten Veränderungen von Poren auf der Mikrostrukturebene am Beispiel pulvermetallurgisch hergestellter Turbinenschaufeln aus einem Nickelbasiswerkstoff. Durch computertomografische, licht- und rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen wird der Effekt der Nachbehandlung mit unterschiedlichen Parametern dargestellt und diskutiert.

**Stichwörter:** Heißisostatisches Pressen, Poren, Mikrostruktur, Computertomografie

## FROM PORE TO MICROSTRUCTURE THE EFFECTS OF HOT ISOSTATIC PRESSING ON THE MICRO- STRUCTURE OF NICKEL-BASED MATERIALS

### **Abstract:**

Products manufactured by a powder metallurgical process usually contain defects in form of cavities. Depending on their expansion and their position, these defects may cause a reducing effect of the material strength properties under a static and cyclic loading. In the manufacturing process, integrated quality assurance investigations detect effects by the use of non-destructive testing methods. The evaluation of the results will be performed in accordance to application-specific specifications. With an increase of failure rates, economic losses rise. Hence, post treatment processes are frequently used to improve the component quality by healing defects. This article describes the change of pores affected by hot isostatic pressing on a microstructural level at distinct turbine blades of nickel based material, that were powder metallurgical manufactured. The blades were investigated by the means of X-Ray tomography, light and scanning electron microscopy and hardness testing, in as manufactured condition and after hot isostatic pressing at 900°C and 1220°C.

**Keywords:** hot isostatic pressing, pores, microstructure, X-Ray tomography

## Einleitung

Das Anwendungsgebiet pulvermetallurgisch hergestellter Bauteile hat sich in den letzten Jahren vor allem aufgrund der Zunahme der Herstellverfahren enorm ausgedehnt und umfasst mittlerweile alle relevanten industriellen Bereiche. Die beinahe uneingeschränkte Freiheit zur Fertigung von Bauteilen mit sehr komplexen Geometrien, welche mit konventionellen Fertigungsmethoden nicht erzielbar sind, und die Möglichkeit einer Funktionsintegration eröffnen neue Welten hinsichtlich der Bauteilgestaltung. Aufgrund der Erweiterung an möglichen Werkstoffzusammensetzungen kann heutzutage auch Material analog zu Vorgaben bezüglich mechanisch-technologischer Eigenschaften neu gestaltet werden. Die Bandbreite erstreckt sich von konventionellen metallischen Werkstoffen wie Stahl, Aluminium und Titan über Refraktärmetalle und Verbundwerkstoffe bis hin zu speziellen Hochleistungslegierungen. Die erzielbaren Form- und Maßgenauigkeiten erfüllen anspruchsvolle Qualitätsvorgaben und bilden ein weiteres Argument für die vielfältige Anwendung pulvermetallurgischer Herstellverfahren [1]. Unabhängig von der Werkstoffauswahl, dem pulvermetallurgischen Fertigungsprozess und der späteren Anwendung ist das Ausgangsmedium bei diesen Prozessen pulverförmig. Die Erfüllung von Anforderungen an die chemische Zusammensetzung, Korngröße, Morphologie und Topografie der einzelnen Pulverpartikel stellt die Grundvoraussetzung für die Verwendung der Pulver dar, um einen stabilen und reproduzierbaren Fertigungsprozess zu gewährleisten. Die Prozessfähigkeit des Pulvers hat darüber hinaus einen wesentlichen Einfluss auf die erzeugte Bauteilqualität hinsichtlich innerer Defekte und Oberflächengüte [2].

Die Herausforderung an pulvermetallurgische Herstellprozesse liegt darin, aus Pulvern über den Fertigungsprozess Bauteile zu erzeugen, welche eine möglichst defektfreie Mikrostruktur mit geringen Eigenspannungen und hohen Werkstofffestigkeiten aufweisen. In der Praxis zeigt sich jedoch, dass pulvermetallurgisch hergestellte Bauteile nach der Herstellung prozessbedingt Defekte in Form von Poren in unterschiedlichen Volumenausdehnungen enthalten. Je nach Lage und Ausdehnung der Defekte wirken sich diese vor allem unter zyklischer Last nachteilig auf die Lebensdauer eines Bauteils aus. Verfahrensabhängig können zudem Eigenspannungen einen lebensdauerverringern Einfluss haben. Spannungskonzentrationen und lokale Spannungsüberhöhungen an den Grenzflächen zwischen Werkstoff und Defekt können zu einer Abnahme der Schwingfestigkeiten und zu vorzeitigem Bauteilversagen führen [8].

Aus diesem Grund werden die über zerstörungsfreie Prüfverfahren detektierten Poren eines Bauteils als kritisch bewertet. Enge Vorgaben hinsichtlich Ausdehnung und Lage dieser Defekte führen häufig zu hohen Quoten unzulässiger Bauteilqualitäten und damit zu wirtschaftlichen Verlusten. Um Bauteilqualitäten hinsichtlich innerer Defekte nachträglich zu verändern, werden zunehmend thermische Nachbehandlungsprozesse angewandt. Diese streben ein nachträgliches Schließen von Poren mit gleichzeitiger Verdichtung der Oberfläche an, um geforderte statische und zyklische Bauteilfestigkeiten zu erzielen.

In diesem Beitrag werden prozessinduzierte Hohlräume nach Fertigung und nach HIP-Prozessen unter variablen Temperaturen computertomografisch detektiert, zerstörend untersucht und bezüglich ihrer möglichen Auswirkung auf die statische und zyklische Festigkeit diskutiert. Die Untersuchungen werden am Beispiel von Turbinenschaufeln durchgeführt, welche durch Metal Injection Molding (MIM) hergestellt

wurden. Die Art der Herstellung aus Metallpulver und die prozessbedingte Entstehung von Hohlräumen ähnelt den Phänomenen, die im ALM Prozess beobachtet werden. Unabhängig vom Fertigungsverfahren sind die Mechanismen eines Nachbehandlungsverfahrens durch HIP mit seinen Auswirkungen auf Fehlstellen und Geometrien vergleichbar. Die Ergebnisse der vorliegenden Untersuchung können demnach als Anhaltswert für Bauteile aus additiven Fertigungsverfahren verwendet werden und bilden die Basis für weiterführende prozessspezifische Untersuchungen.

### Heiisostatisches Pressen (HIP)

Beim heiisostatischen Pressen wird das zu behandelnde Bauteil in einem Kessel, umgeben von einer Schutzgasatmosphre, unter hoher Temperatur ber einen festgelegten Zeitraum mit hohem Druck beaufschlagt. Dieser verteilt sich gleichmig ber alle zugnglichen Bauteiloberflchen und induziert eine Verdichtung der Oberflchen und der Bauteilquerschnitte. Abhngig von Werkstoff, Gre und Form des Bauteils werden die Parameter fr den Prozess ausgewhlt. Er wird bei hohen Temperaturen durchgefhrt, um entsprechend der werkstoffabhngigen Aktivierungsenergie Diffusionsvorgnge im Werkstoff zu ermglichen.

Die Anwendung des HIP-Prozesses als Nachbearbeitung pulvermetallurgisch hergestellter Bauteile hat zum Ziel, Oberflchen nachzuverdichten und Fehlstellen in Form von Hohlrumen zu verkleinern oder gnzlich zu schlieen. Ein weiterer Aspekt ist der Abbau von herstellbedingten Eigenspannungen und das Einbringen von Druckeigenspannungen in die Bauteiloberflchen zur Steigerung von zyklischen Festigkeiten. Die Turbinenschaufeln wurden zwei HIP-Prozessen unterzogen, die bei gleichbleibenden Parametern fr Druck, Zeit und Atmosphre, unterschiedlichen Prozesstemperaturen aufwiesen. Die gewhlten Prozessparameter sind in der Tabelle 1 dargestellt.

Prozess	Temperatur	Druck	Zeit	Atmosphre
HIP-Prozess A	900°C	1000bar	3h	Argon
HIP-Prozess B	1220°C	1000bar	3h	Argon

Tabelle 1: Heiisostatisches Pressen - Darstellung der Prozessparameter

### Gegenstand der Untersuchungen - Untersuchungsablauf

Die untersuchten Turbinenschaufeln wurden durch Metal Injection Molding (MIM) aus einer Nickelbasislegierung hergestellt. Die Qualittssicherung erfolgte ber eine 2D-Rntgenprfung, mit der Werkstofffehler in Form von Poren und Hohlrumen detektiert, vermessen und bewertet wurden. An einer Auswahl von Schaufeln wurden im Anschluss zerstrende und zerstrungsfreie Prfungen durchgefhrt, um die detektierten Defekte nach der Fertigung umfassend zu beschreiben und die Vernderung von Poren durch ein Nachbehandlungsverfahren mit heiisostatischen Pressen (HIP) zu untersuchen.

Die Durchfhrung der Untersuchungen erfolgte in drei Schritten. Der erste Schritt beginnt mit einer Computertomografie zur exakten Bestimmung der Ausdehnung und Lage von Poren im Bereich des Schaufelblattes. Anschließend wurde eine metallografische Zielprparation durch die Pore gelegt und die Mikrostruktur in der Po-

renumgebung analysiert. Im Rasterelektronenmikroskop wurden die präparierten Schliffebenen im Bereich der Poren einer Topografieuntersuchung unterzogen. Die Bestimmung der lokalen Festigkeiten erfolgte über eine Härteprüfung nach Vickers.

Im zweiten und dritten Schritt wurden computertomografisch untersuchte Proben einem Nachbehandlungsprozess durch heißisostatisches Pressen unterzogen. Der HIP-Prozess A wurde unter einer Prozesstemperatur von 900°C realisiert, während beim HIP-Prozess B eine Temperatur von 1220°C gewählt wurde. An Turbinenschaufeln aus beiden Nachbehandlungsprozessen erfolgten anschließend vergleichende Werkstoffuntersuchungen für die Charakterisierung der Mikrostruktur, Topografie und elementarer Zusammensetzung im Defektbereich. Abbildung 1 zeigt eine Übersicht des Untersuchungsablaufs.

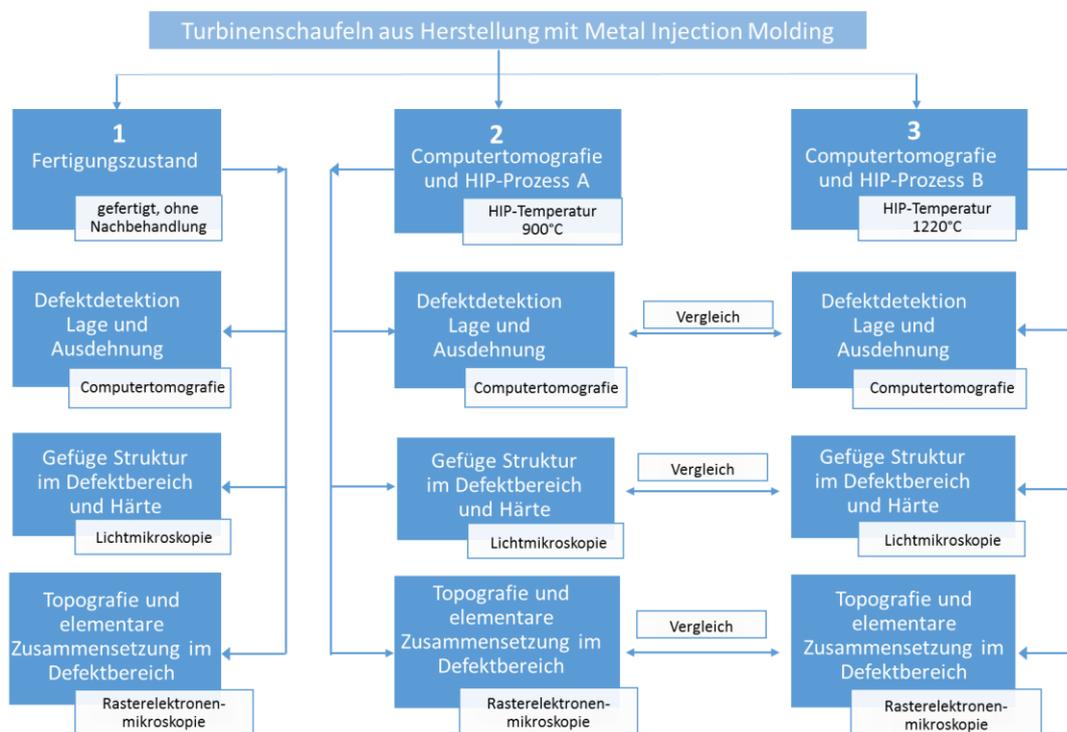


Abbildung 1: Der durchgeführte Untersuchungsablauf in der Übersicht

Ziel der nachfolgenden Werkstoffuntersuchungen ist es, die Veränderungen der Mikrostruktur im Defektbereich vor und nach dem HIP-Prozess zu charakterisieren und den Einfluss der zwei Temperaturniveaus auf die Fehlstellenbereiche darzustellen.

## Eingesetzte Untersuchungsverfahren

### Computertomografie

Die computertomografische Untersuchung der gefertigten Turbinenschaufeln erfolgte unter Anwendung einer digitalen Röntgenanlage mit einer 180 kV Mikrofokusröhre. Nach Auswahl der bauteilspezifischen Scanparameter rotiert das zu prüfende Bauteil unter einem Kegelstrahl 360° um die eigene Achse. Ein nachgeordneter Detektor erfasst die material- und defektspezifischen Absorptionsunterschiede und generiert während der Durchstrahlung zahlreiche zweidimensionale Schnittbilder. Diese werden unter Anwendung mathematischer Algorithmen zu einem Volumen rekonstruiert.

Abweichungen von der Materialmatrix werden anhand unterschiedlicher Grauwerte dargestellt. Elemente mit hohen Ordnungszahlen erscheinen hell, während Elemente

niedrigerer Ordnungszahlen, wie nichtmetallische- oder Gaseinschlüsse dunklere Grauwerte aufweisen [3]. Mit der als Defektanalyse bezeichneten Auswertemethode werden Lage und Ausdehnung dieser Fehlstellen in allen drei Raumrichtungen bestimmt (Abbildung 2). Anhand der Oberflächenbestimmung des Bauteilvolumens erfolgt ein Soll/Ist-Vergleich der Oberflächen von nachbehandelten Schaufeln mit den Oberflächen im Fertigungszustand. Geometrische Abweichungen werden in Falschfarben dargestellt (Abbildung 3).

Der Geometrievergleich wird vor allem in der Qualitätssicherung von Bauteilen genutzt, um die Einhaltung von Fertigungstoleranzen für innere und äußere Geometrien zu überprüfen [3]. Im vorliegenden Fall wurde der Geometrievergleich angewandt, um festzustellen, ob durch die Nachbehandlung eine Veränderung der Schaufelgeometrie eintritt.

Alle computertomografisch ermittelten Messwerte sind dabei abhängig von der Auflösung, mit der gescannt wurde. In der Praxis werden 8 zusammenhängende Voxel benötigt um einen Defekt dreidimensional eindeutig als solchen zu erkennen. Die erreichbare Voxelgröße ist abhängig von der Brennfleckgröße der verwendeten Röntgenröhre und der geometrischen Ausdehnung des Bauteils. Die Schaufelblätter der Bauteile wurden mit einer Auflösung von 23  $\mu\text{m}$  untersucht.

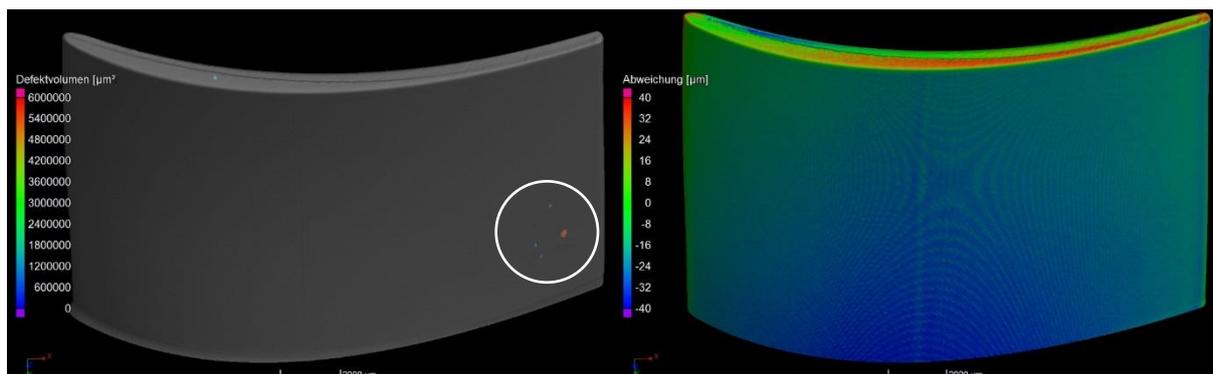


Abbildung 2: Beispiel Defektanalyse

Abbildung 3: Beispiel Geometrievergleich

### Rasterelektronenmikroskopie

Die Bestimmung der elementaren Zusammensetzung des Werkstoffgefüges im Defektbereich erfolgte rasterelektronenmikroskopisch an metallografischen Zielpräparationen. Mit Hilfe einer energiedispersiven Mikrobereichsanalyse (EDX) wurden die vorliegenden Elemente im Hohlrumbereich detektiert und als Spektrum oder ortsaufgelöstes Mapping dokumentiert. Des Weiteren wurden im Bereich der Fehlstellen die Oberflächen untersucht und dokumentiert [5] [6].

### Lichtmikroskopie

In den ausgewählten Defektbereichen wurde jeweils eine metallografische Zielpräparation gelegt und die erhaltene Schlibfebene lichtmikroskopisch bei Vergrößerungen bis zu 1000:1 im ungeätzten und geätzten Zustand untersucht. Die Charakterisierung der Mikrostruktur wurde sowohl im gefertigten, als auch im nachbehandelten Zustand der Schaufeln durchgeführt.

### Härteprüfung

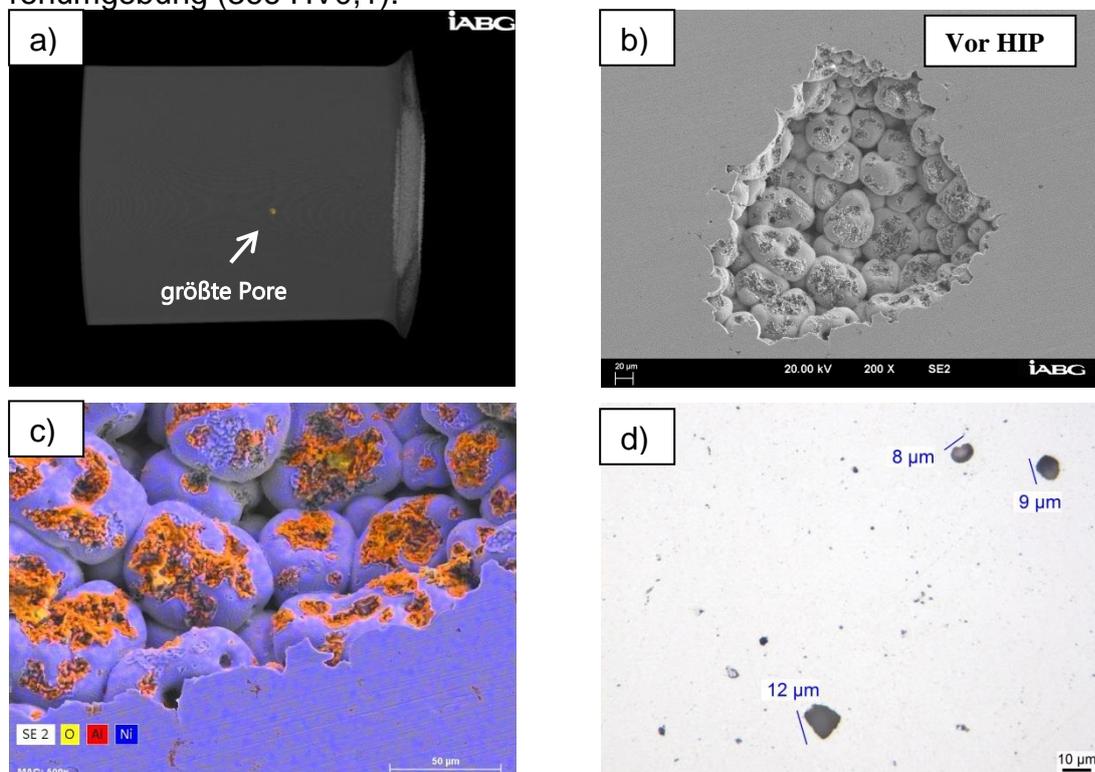
Die metallografischen Schliffproben wurden im Anschluss an die lichtmikroskopische Untersuchung einer Härteprüfung nach Vickers unterzogen. Dazu wurden im Fehl-

stellenbereich der Probe Eindrücke mit HV0,1 gesetzt und die resultierenden Härte-  
werte dokumentiert. Die Werkstoffhärte wurde bestimmt, um etwaige Änderungen  
der Festigkeiten durch den thermischen Nachbehandlungsprozess festzustellen und  
zu dokumentieren [4].

### Schritt 1 - Untersuchung der Schaufeln im Fertigungszustand

In den ungehippten Schaufeln befinden sich mehrere Defekte in Form von Hohlräu-  
men bzw. Poren. Die jeweils größten Poren erreichen eine Volumenausdehnung von  
0,001 bis 0,04 mm<sup>3</sup> (Abbildung 4a). Um Aufschluss über die Oberflächenbeschaffen-  
heit der Poren zu erhalten, wurden mehrere dieser Defekte ungehippter Schaufeln  
metallografisch zielpräpariert und sowohl rasterelektronenmikroskopisch (REM), als  
auch mit dem Lichtmikroskop untersucht. Die Innenoberflächen der Hohlräume wei-  
sen rasterelektronenmikroskopisch kugelförmige, körnige Strukturen auf, die mit  
dunkel erscheinenden Belägen versehen sind. Diese Morphologie repräsentiert die  
durch den Fertigungsprozess nicht aufgeschmolzenen Pulverpartikel. Mit der ener-  
giedispersiven Mikrobereichsanalyse wurde der Belag als Aluminiumoxid identifiziert  
und orts aufgelöst dargestellt (Abbildung 4b und 4c).

Lichtmikroskopisch wurden im Defektbereich mehrere feine Poren in einem Größen-  
bereich von 1 µm bis ca. 12µm festgestellt (Abbildung 4d). Aufgrund der Größe des  
zu durchstrahlenden Bauteilvolumens lag die maximale Scanauflösung der Compu-  
tertomografie bei einer Größe von 23 µm, womit Fehlstellen kleiner 50 µm durch  
Röntgen nicht erfasst wurden. Im geätzten Zustand wird deutlich, dass die Mikro-  
struktur an der Pore mit derjenigen im Grundwerkstoff vergleichbar ist. Sie besteht  
aus einer γ-Matrix mit würfelförmigen γ'-Phasen [7] (Abbildung 4e und 4f). Die Härte  
des Grundwerkstoffs beträgt 362 HV0,1 und korrespondiert mit dem Härtewert in Po-  
renumgebung (366 HV0,1).



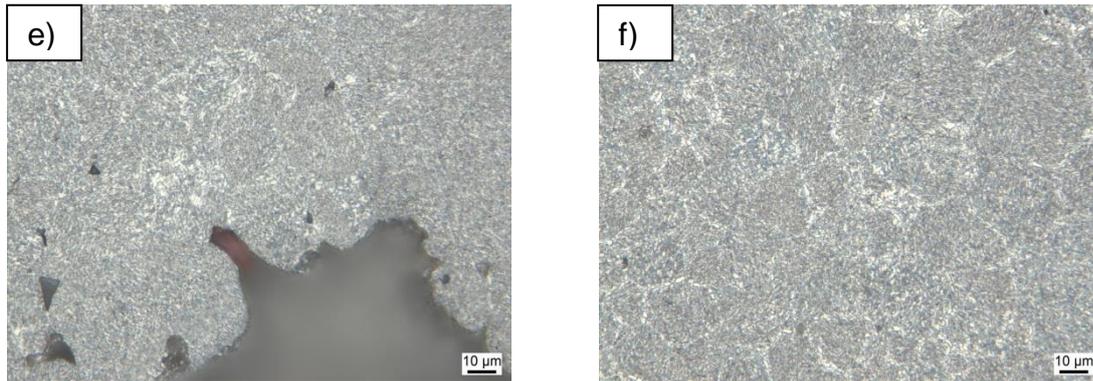


Abbildung 4: Dokumentation von Poren an ungehippten Schaufeln

- a) CT: 3D-Modell einer Schaufel mit größter Pore im Schaufelvolumen
- b) REM: Übersicht einer zielpräparierten Pore, körnige Oberflächenstruktur
- c) REM/Mapping: AIO Belag auf Porenstruktur
- d) LIM: Feine Poren im Grundwerkstoff bis ca. 12 µm
- e) LIM: Gefüge aus  $\gamma$  und  $\gamma'$  in Porenumgebung
- f) LIM: Gefüge aus  $\gamma$  und  $\gamma'$  im Grundwerkstoff

## Schritt 2 - Untersuchung der Schaufeln nach HIP-Prozess A

Es wurden zehn Turbinenschaufeln im Anschluss an die Computertomografie bei 900°C gehippt und danach erneut im Schaufelblattbereich computertomografisch untersucht. Ein Vergleich der Volumina zeigt, dass sich die Lage der Poren nicht veränderte, während die Ausdehnung der Poren sich um maximal 31% verringerte (Abbildung 5a und 5b). Ein Geometrievergleich der vor und nach HIP gescannten Schaufelblätter ergab geringfügige Abweichungen bis ca. 73 µm auf der konkaven Schaufelseite (Abbildung 5h).

Rasterelektronenmikroskopisch können die Oberflächen innerhalb der Hohlräume in zwei unterschiedliche Bereiche aufgeteilt werden. Kugelförmige, körnige Strukturen, vereinzelt mit Belägen behaftet, sind mit der Porenmorphologie der untersuchten Poren vergleichbar, die nicht nachbehandelt wurden. Darüber hinaus gibt es Zonen in denen die Pulverkörner miteinander verschmolzen sind und deren Oberflächen dendritenförmige Schmelzstrukturen aufweisen. Daraus kann abgeleitet werden, dass die fertigungsinduzierten Hohlräume mit Anteilen an nicht aufgeschmolzenen Pulverpartikeln innerhalb des HIP-Prozesses eine beginnende Ausheilung erfahren haben. Mit der energiedispersiven Mikrobereichsanalyse wurden Einschlüsse aus Aluminiumoxid detektiert und orts aufgelöst dargestellt (Abbildung 5c und 5d).

Mit dem Lichtmikroskop wurden im Grundwerkstoff Einschlüsse festgestellt, die aufgrund ihrer farblichen Darstellung auf Oxide schließen lassen. Sie sind sichelförmig ausgebildet und korrelieren mit der Grenzflächenform von Pulverkörnern (Abbildung 5e). Im geätzten Zustand besteht das Gefüge einheitlich aus einer  $\gamma$ -Matrix mit  $\gamma'$ -Anteilen, sowohl in Porenumgebung, als auch im Grundwerkstoff [7] (Abbildung 5f und 5g). An der Grenzfläche von Grundwerkstoff zu Pore befindet sich eine Anreicherung von Karbiden an den Porenrändern. Demnach wurden durch den HIP-Prozess die Form und Ausprägung von Poren verändert. Die Werkstoffhärte der Matrix korrespondiert mit 358 HV<sub>0,1</sub> mit der in Porenumgebung, in der ein Mittelwert von 360 HV vorliegt.

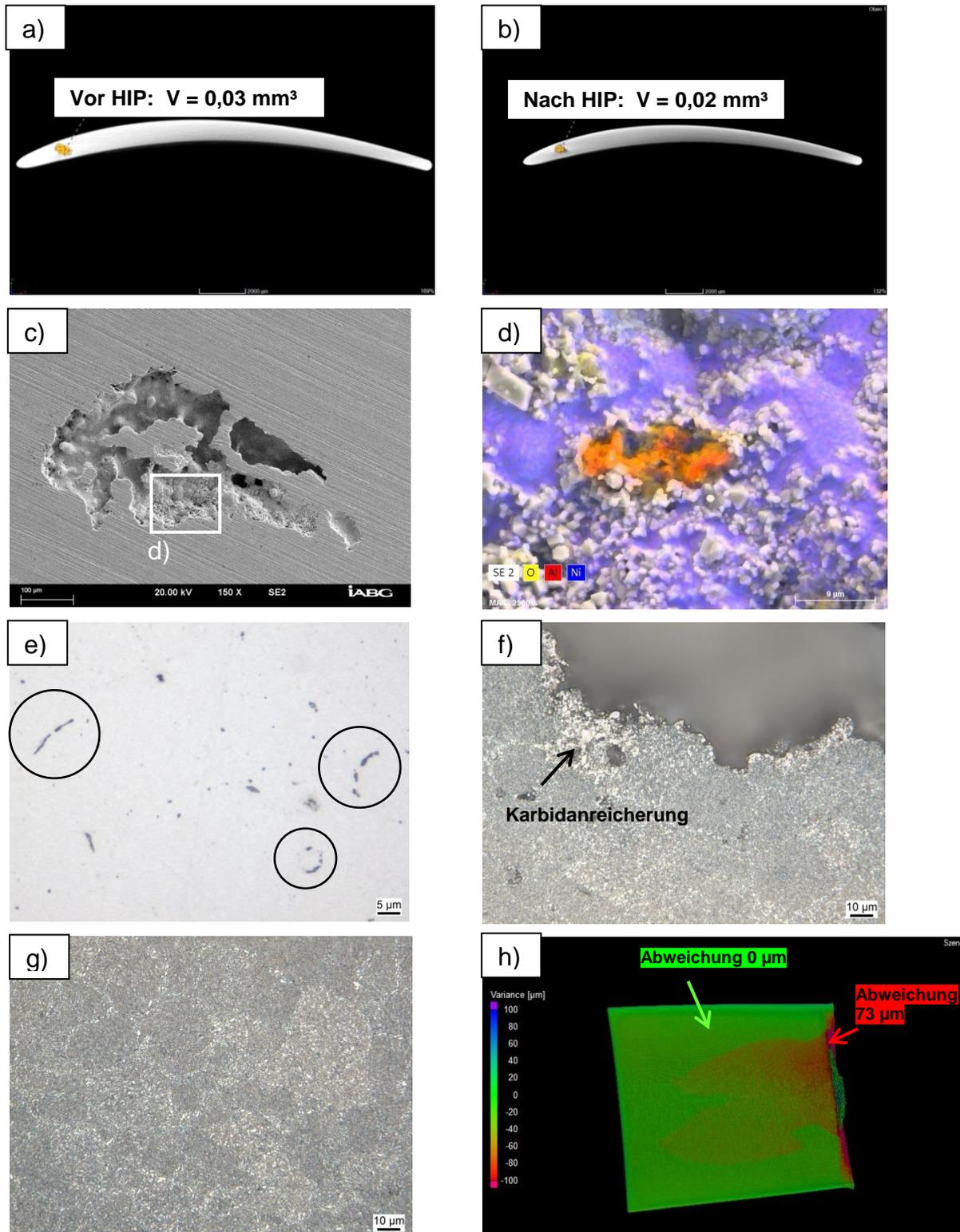


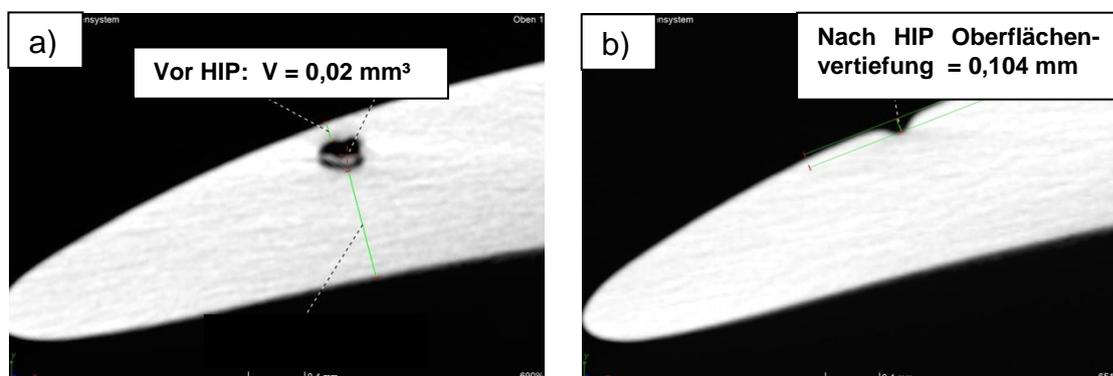
Abbildung 5: Dokumentation von Poren an bei 900°C gehipten Schaufeln

- a) CT: Seitenansicht Schaufel, Porenvolumen vor HIP =  $0,03 \text{ mm}^3$
- b) CT: Seitenansicht Schaufel, Porenvolumen nach HIP =  $0,02 \text{ mm}^3$
- c) REM: Zielpräparation einer Pore nach HIP, Pore nicht geschlossen
- d) REM / MAP: AlO Belag auf Porenoberfläche, Detailbereich aus c)
- e) LIM: Sichelförmige Einschlüsse aus Aluminiumoxid im Grundwerkstoff
- f) LIM: Gefüge aus  $\gamma$  und  $\gamma'$  in Porenumgebung, Karbidanreicherung an Porengrenze
- g) LIM: Gefüge aus  $\gamma$  und  $\gamma'$  im Grundwerkstoff
- h) CT: Geometrieabweichungen bis  $73 \mu\text{m}$

### Schritt 3 - Untersuchung der Schaufeln nach HIP-Prozess B

Insgesamt wurden zehn Turbinenschaufeln bei einer Temperatur von 1220°C gehippt. Ein Geometrievergleich der computertomografischen Ergebnisse vor und nach dem HIP-Prozess zeigt auf, dass sich die Hohlräume innerhalb der Querschnittsmitte der Schaufeln signifikant verkleinern, beziehungsweise mit ihrer geringen Ausdehnung außerhalb der Scanauflösung liegen und somit mit Röntgen nicht detektiert werden können. Die Abbildung 6a zeigt einen oberflächennahen Hohlraum mit einem Volumen von 0,02 mm<sup>3</sup>, welcher nach dem HIP Prozess computertomografisch nicht mehr nachzuweisen war. Die prozessinduzierte Verdichtung der Hohlräume führte zu einem Einsinken des Werkstoffes, wodurch an der Bauteiloberfläche oberhalb der Fehlstelle eine Vertiefung entstand (Abbildung 6b). In der Abbildung 6e ist eine Pore nach Fertigung in der Querschnittsmitte des Schaufelblattes dargestellt. Durch die Nachbehandlung wurde diese Pore wesentlich verkleinert und ist im Mittembereich durch dunklere Grauwerte gekennzeichnet, wodurch Rückschlüsse auf die Präsenz einer niederdichten Materialzusammensetzung, wie zum Beispiel einem nichtmetallischen Einschluss gezogen werden können (Abbildung 6f). Ein Geometrievergleich der extrahierten Schaufeloberflächen Vor und Nach HIP, zeigt eine signifikante Abweichung im Bereich der Schaufelspitzen mit Änderungen der Abmessung bis zu 192 µm, womit der durch den HIP-Prozess bei 1220°C entstandene Bauteilverzug deutlich wird.

Nach der Zielpräparation wurden sowohl lichtmikroskopisch als auch rasterelektronenmikroskopisch, Agglomerate aus einzelnen Aluminiumoxiden in den ehemaligen Porenbereichen festgestellt (Abbildungen 6c, 6d, und 6g). Diese Oxide orientieren sich vorwiegend an der  $\gamma'$  Phase des Werkstoffgefüges. Die Mikrostruktur bestehend aus  $\gamma$  und  $\gamma'$  ist in beiden Werkstoffbereichen vergleichbar [7] (Abbildung 6i). Unterhalb der Vertiefung ist die Korngröße deutlich gröber ausgebildet als im Kernbereich des Schaufelblatts (Abbildung 6h). Die Werkstoffhärte ist mit 368 HV0,1 in der Matrix und 376 HV0,1 in näherer Porenumgebung vergleichbar. Eine Härtemessung im Bereich der Agglomeration aus Aluminiumoxid ergab Werte bis 1047 HV0,1. Da in der Messung der das Oxid umgebende, vergleichsweise weiche Grundwerkstoff mitgemessen wurde, repräsentiert dieser Messwert einen Minimalwert.



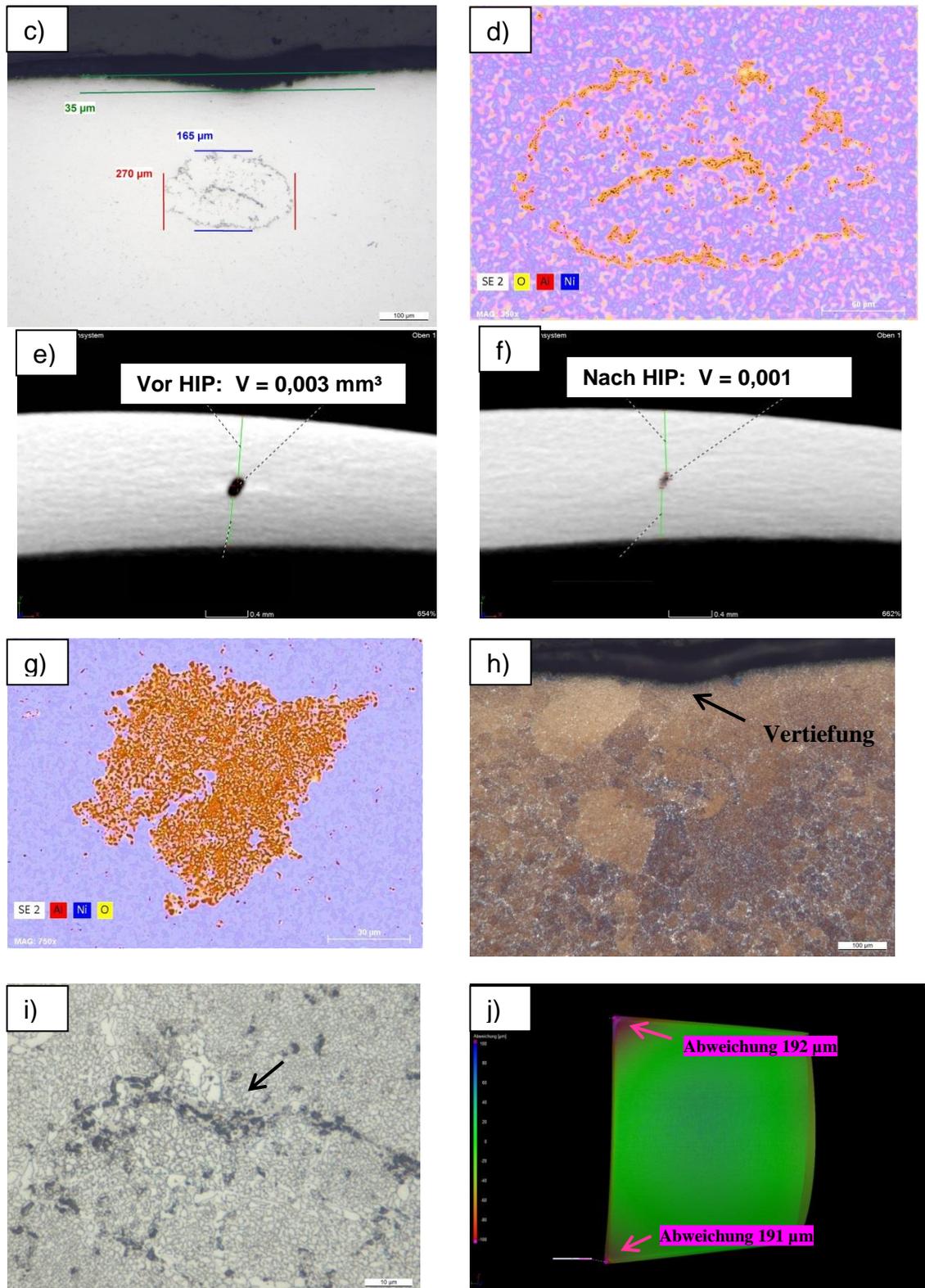


Abbildung 6: Dokumentation von Poren an bei 1220°C gehiptionen Schaufeln

- a) CT: Seitenansicht einer Schaufel, Porenvolumen vor HIP = 0,02 mm<sup>3</sup>
- b) CT: Seitenansicht einer Schaufel, Oberflächenvertiefung in ehemaliger Poren-  
umgebung, t=0,104 mm
- c) LIM: Zielpräparation einer Pore nach HIP, Vertiefung an der Oberfläche und  
Rückstand im Werkstoff
- d) REM / MAP: AlO als Rückstand in ehemaliger Poren-  
umgebung
- e) CT: Seitenansicht Schaufel, Porenvolumen vor HIP = 0,003 mm<sup>3</sup>
- f) CT: Seitenansicht Schaufel, Porenvolumen nach HIP=0,001 mm

- g) REM / MAP: Rückstand aus Aluminiumoxid in ehemaliger Porenumgebung
- h) LIM: Größere Kornstruktur im Bereich der Oberflächenvertiefung
- i) LIM: Orientierung der Aluminiumoxide an  $\gamma'$ -Phase
- j) CT: Geometrieabweichungen bis 192  $\mu\text{m}$

## Fazit

Der HIP-Prozess bei einer Temperatur von 900°C führte im vorliegenden Fall nicht zu einem vollständigen Schließen von Poren mit einer Volumenausdehnung  $> 0,001\text{mm}^3$ . Die Porenvolumina verringerten sich nur geringfügig, die Strukturen der Porenoberflächen sind vergleichbar mit denen die im Fertigungszustand vorlagen. Poren mit Durchmessern bis zu ca. 20  $\mu\text{m}$  konnten geschlossen werden, der Zusammenschluss der Porenninnenwände ist jedoch formschlüssig und adhäsiv ausgeprägt. Die Mikrostruktur ist in allen untersuchten, ehemaligen Porenbereichen mit Einschlüssen aus Aluminiumoxid versehen. Im Vergleich zu den Schaufeln, die bei 1220°C nachbehandelt wurden findet eine geringere Geometrieänderung der Bauteile durch Verzug statt.

Der durchgeführte HIP-Prozess bei 1220°C führte zu einer Schließung von Poren im Volumenbereich von 0,001  $\text{mm}^3$  bis 0,04  $\text{mm}^3$ . Die ehemaligen Hohlraumbereiche weisen Aluminiumoxideinschlüsse, häufig in Form von Oxidnestern auf. Diese Einschlüsse haben keine chemische Verbindung mit dem Grundwerkstoff, sondern liegen als inkohärente Phase in der Matrix vor. Das an den Korngrenzen oder Partikeloberflächen anhaftende Aluminiumoxid wird in den gewählten Temperaturbereichen nicht aufgeschmolzen, sondern diffundiert im Metallgefüge. Vereinzelt fand an den durch die Nachverdichtung entstandenen Oberflächenvertiefungen ein Kornwachstum statt. Die Zunahme an Karbiden wurde im Bereich der Porenränder beobachtet. Das Grundgefüge der Schaufeln wurde von den Nachbehandlungsverfahren nicht beeinflusst. Die Mikrostruktur des Fertigungszustandes stimmt mit den nach HIP untersuchten Gefügen überein. Die Werkstoffhärte erfuhr keine signifikante Veränderung durch die Anwendung der Nachbehandlungsprozesse, die gemessenen Werte in den Fehlstellenbereichen korrespondieren mit denen im Grundgefüge ermittelten Ergebnissen.

## Schlussfolgerung und Ausblick

Die in dieser Studie untersuchten Bauteile wurden nicht additiv hergestellt, sondern durch einen Metal Injection Molding Prozess. Da es sich bei beiden Herstellverfahren um pulvermetallurgische Prozesse handelt, ist die Fehlstellenbildung sehr ähnlich und die Entstehung von Hohlräumen und Poren üblich. Daher sind die Effekte und Auswirkungen einer Nachbehandlung durch heißisostatisches Pressen herstellprozessübergreifend vergleichbar.

Die Untersuchungen resultieren in der Erkenntnis, dass Fehlstellen in Form von Poren durch einen HIP-Prozess in einer adhäsiven Verbindung geschlossen werden können. Die gewählten Prozesstemperaturen haben keine Auflösung der Oxide bewirkt, jedoch kann anhand der Ausprägung der Morphologie untersuchter Einschlüsse auf einen Diffusionsprozess geschlossen werden. Die Innenoberflächen von Poren sind nachweislich mit Belägen aus Aluminiumoxid versehen, die erst ab einer Temperatur von ca. 2000 °C aufgeschmolzen werden können. Das bedeutet, dass es beim Ausheilen der oxidbehafteten Poren in den dargestellten Temperaturbereichen nicht zu einer chemischen Verbindung der Porenninnenoberflächen kommen kann. Der durch das HIP-Verfahren initiierte Ausheilungsprozess der Fehlstellen be-

schränkt sich daher auf eine Verschmelzung und Nachverdichtung der mit Oxid behafteten Porengrenzflächen. In allen untersuchten Fällen konnten in den ehemaligen Hohlräumebereichen nach HIP Einschlüsse aus Aluminiumoxid nachgewiesen werden. Die Ausprägung der Einschlüsse erscheint analog zu den Prozesstemperaturen bei 900°C länglich und sichelförmig, während nach dem Prozess unter 1220°C runde Oxidnester beobachtet wurden. Die Entstehung der detektierten Aluminiumoxideinschlüsse erfolgt bereits beim Urformverfahren, im vorliegenden Fall durch Metal Injection Molding, oder liegt als Kontamination bereits im Pulver vor. Durch Anwendung der Nachbehandlung werden die Oxide nur in ihrer Morphologie und Ausprägung verändert.

Unter Berücksichtigung einer späteren Belastung der Bauteile im operativen Einsatz kann es je nach Ausrichtung des Defekts in Bezug zur Hauptspannung zu einem vorzeitigen Bauteilversagen kommen. Insbesondere führen bei ungünstiger Belastungsrichtung die durch Nachbehandlungsprozesse umgeformten länglichen Oxide oder Oxidnester zu deutlich höheren Spannungskonzentrationen als runde Poren.

Die hier vorgestellten Untersuchungen beschränken sich auf die Veränderung der Geometrie vorhandener Poren in pulvermetallurgisch hergestellten Bauteilen durch eine HIP Nachbehandlung. Zur Bestimmung des Einflusses der Veränderungen auf die statische und zyklische Festigkeit der betroffenen Bauteile werden Annahmen aufgestellt, die durch systematische Festigkeitsversuche an Proben und Bauteilen untermauert werden müssen [8].

## Literatur

- [1] Prof. Dr.-Ing. Bernd Kieback, European Powder Metallurgy Association EPMA, Pulvermetallurgie – Das Verfahren und seine Produkte, dt. Fassung 2010
- [2] T. Näke, M. Eiber, Pulvercharakterisierung mittels instrumenteller Analytik - PowderGenetics, IABG mbH, DVM Tagung additiv gefertigter Bauteile und Strukturen, 07.11.2018 Berlin
- [3] DIN EN 16016-1:2011-12, Zerstörungsfreie Prüfung – Durchstrahlungsverfahren – Computertomografie – Teil 1: Terminologie
- [4] Metallische Werkstoffe - Härteprüfung nach Vickers, EN ISO 6507-1:2018
- [5] Frank Eggert, Standardfreie Elektronenstrahl-Mikroanalyse mit dem EDX im Rasterelektronenmikroskop, Books on Demand GmbH, Norderstedt 2005
- [6] Peter Fritz Schmidt und 13 Mitautoren: Praxis der Rasterelektronenmikroskopie und Mikrobereichsanalyse, expert verlag 1994
- [7] Herrmann Schumann und Heinrich Oettel: Metallografie 14. Auflage, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA 2005
- [8] Matthias Decker, Marion Eiber, Steffen Rödling: Challenges in the fatigue assessment of large components from forged or cast iron. In: Procedia Engineering, Volume 133, 2015.