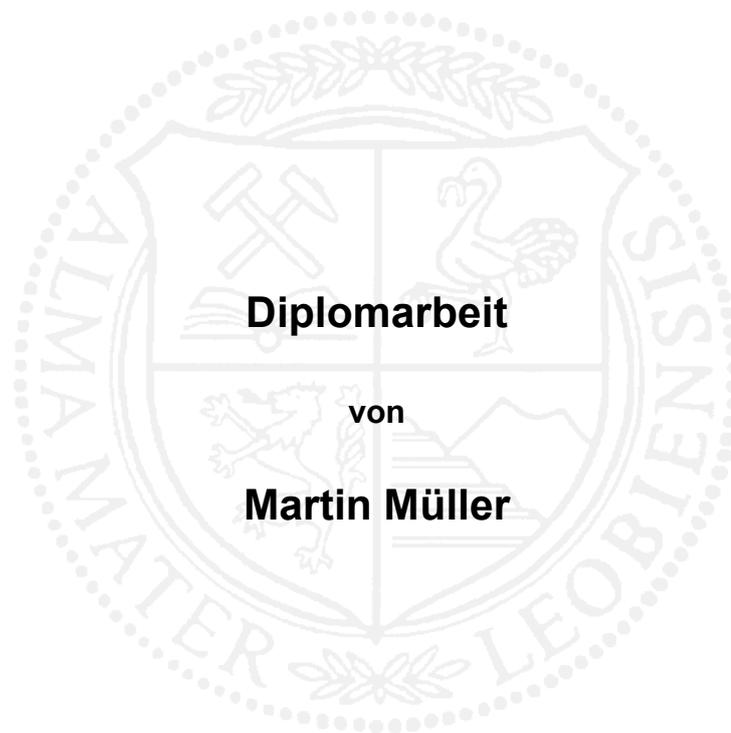


Montanuniversität Leoben

Basischarakterisierung der β -erstarrenden TNMTM-Legierung für die Anwendung als Turbinenrad im Turbolader



Die vorliegende Arbeit wurde am Department für Metallkunde und Werkstoffprüfung der Montanuniversität Leoben durchgeführt.

Leoben, Oktober 2012

Diese Diplomarbeit wurde im Rahmen des Research Studio Austria „energy-drive“ der österreichischen Forschungsförderungsgesellschaft (FFG) mit dem Titel „Materials and components for energy-efficient engines and drive systems as well as for energy technology“ (Projektnummer: 832040) durchgeführt.

Eidesstattliche Erklärung

Ich erkläre an Eides statt, dass die vorliegende Arbeit von mir selbständig und nur unter Verwendung der angeführten Literatur erstellt wurde.

Martin Müller

Leoben, Oktober 2012

Danksagung

Hiermit möchte ich meinen Betreuern Herrn Prof. Helmut Clemens, Frau Ass.Prof. Svea Mayer und Dipl.-Ing. Andrea Gaitzenauer für die Unterstützung bei der Durchführung meiner Diplomarbeit, die Ratschläge sowie der stets offenen Türen danken.

Des Weiteren möchte ich mich bei meinen Kollegen in der TiAl-Arbeitsgruppe, Herrn Dipl.-Ing. Martin Schloffer, Herrn Dipl.-Ing. Emanuel Schwaighofer und Herrn Dipl.-Ing. Robert Werner, für die fachlichen Diskussionen und Anregungen sowie für die tatkräftige Unterstützung bedanken, welche mir ein rasches Einarbeiten in die Thematik ermöglichten.

Abschließend bedanke ich mich bei Herrn Dr. Patrick Voigt und Herrn Robert Hempel von der Hanseatischen Waren Handelsgesellschaft mbH & CO. KG für die großartige fachliche Unterstützung und für die Bereitstellung von Probenmaterial.

Inhaltsverzeichnis

Seite

| | |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| Abkürzungsverzeichnis und verwendete Symbole | II |
| 1 Einleitung und Motivation der Arbeit..... | 1 |
| 2 Theoretische Grundlagen..... | 3 |
| 2.1 Aufgabe und Funktionsweise eines Abgasturboladers sowie Entwicklungsmöglichkeiten..... | 3 |
| 2.2 Untersuchtes TiAl-Legierungssystem TNM™ | 6 |
| 2.2.1 Gefügebestandteile des Gleichgewichtsgefüges bei Raumtemperatur..... | 6 |
| 2.2.2 Basiseigenschaften der TNM™-Legierung | 6 |
| 2.2.3 Phasendiagramm und Phasenfraktionsdiagramm | 7 |
| 2.2.4 Wirkung der Legierungselemente | 8 |
| 2.2.5 Erstarrungspfad | 8 |
| 2.2.6 Gussgefüge | 9 |
| 2.2.7 Einfluss der Abkühlgeschwindigkeit bei Abkühlung aus dem ($\alpha+\beta$)- Phasengebiet..... | 10 |
| 2.2.8 Gefüge nach HIPen | 11 |
| 2.2.9 Korrelation zwischen Mikrostruktur und Eigenschaften | 12 |
| 2.3 Wärmebehandlung und Schmiedung einer TNM™-Legierung | 13 |
| 3 Experimentelles..... | 15 |
| 3.1 Vormaterialherstellung..... | 15 |
| 3.1.1 Vormaterial von GfE | 15 |
| 3.1.2 Vormaterial von PCC..... | 15 |
| 3.2 Schmiedeprozess | 15 |
| 3.3 Gefüge und Phasencharakterisierung | 16 |
| 3.3.1 Mikroskopische Methoden..... | 16 |
| 3.3.2 Diffraktionsmethoden und Rietveld-Analyse | 17 |
| 3.4 Thermophysikalische Eigenschaften..... | 17 |
| 3.5 Mechanische Eigenschaften..... | 18 |
| 3.5.1 Härtmessungen..... | 18 |
| 3.5.2 Zugversuche | 18 |
| 3.5.3 Kriechversuche | 20 |
| 4 Ergebnisse und Diskussion | 21 |
| 4.1 Vormaterial | 21 |
| 4.1.1 Vormaterial von GfE | 21 |
| 4.1.2 Vormaterial von PCC..... | 23 |
| 4.1.3 Sonderfall: Nicht geHIPtes Ausgangsmaterial | 25 |
| 4.2 Schmiedeprozess | 27 |

| | |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| 4.2.1 Eigenschaftsoptimierte Schmiederoute | 27 |
| 4.2.2 „Stresstest“ | 32 |
| 4.2.3 Sonderfall: Pressluftabkühlung | 34 |
| 4.2.4 Sonderfall: Unterbrochenes Schmieden | 36 |
| 4.2.5 Sonderfall: Lange Ofenhaltedauer | 38 |
| 4.2.6 Sonderfall: Niedrige Schmiedetemperatur im ($\alpha+\beta+\gamma$)-Dreiphasengebiet | 40 |
| 4.2.7 „Eingefrorenes“ Schmiedegefüge | 42 |
| 4.3 Thermische Stabilität des Schmiedegefüges | 43 |
| 4.4 Thermophysikalische Eigenschaften | 46 |
| 4.5 Mechanische Eigenschaften | 48 |
| 4.5.1 Zugversuche | 53 |
| 4.5.2 Kriechversuche | 58 |
| 5 Zusammenfassung und Ausblick | 63 |
| Literaturverzeichnis | 65 |
| Anhang A: Bildbearbeitung und Phasenanalyse | 67 |
| Anhang B: Fertigungszeichnung für Zugversuchsproben | 70 |
| Anhang C: Fertigungszeichnung für Kriechversuchsproben | 71 |
| Anhang D: Kriechkurven | 72 |
| Anhang E: Veröffentlichung, die im Rahmen der Diplomarbeit entstanden ist | 76 |

Abkürzungsverzeichnis und verwendete Symbole

| | |
|---------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| α | thermischer Ausdehnungskoeffizient |
| α | Winkelbeschleunigung |
| $\alpha_2\text{-Ti}_3\text{Al}$ | geordnete hexagonale $\alpha_2\text{-Ti}_3\text{Al}$ Phase |
| $\alpha\text{-Ti(Al)}$ | ungeordnete hexagonale $\alpha\text{-Ti(Al)}$ Phase |
| $\beta_0\text{-TiAl}$ | geordnete kubisch raumzentrierte $\beta_0\text{-TiAl}$ Phase |
| $\beta\text{-Ti(Al)}$ | ungeordnete kubisch raumzentrierte $\beta\text{-Ti(Al)}$ Phase |
| $\gamma\text{-TiAl}$ | geordnete tetragonal verzerrte flächenzentrierte $\gamma\text{-TiAl}$ Phase |
| $\dot{\epsilon}$ | Kriechrate |
| ϵ | Kriechdehnung |
| λ | jene Zeit in Sekunden, multipliziert mit 100, welche eine Probe benötigt, um von 800°C auf 500°C abzukühlen |
| λ | Wärmeleitfähigkeit |
| λ | Wellenlänge |
| ρ | Dichte |
| A | Bruchdehnung |
| a | Temperaturleitfähigkeit |
| AC | Air Cooling (Luftabkühlung) |
| A_g | Gleichmaßdehnung |
| at.% | Atomprozent |
| BSE | Back-Scattered Electrons (rückgestreute Elektronen) |
| c_p | spezifische Wärmekapazität |
| DIN | Deutsche Industrienorm |
| E-Modul | Elastizitätsmodul |
| EN | Europäische Norm |
| FC | Furnace Cooling (Ofenabkühlung) |
| GfE | Gesellschaft für Elektrometallurgie, Vormateriallieferant |
| GS | Gesenkschmieden |
| HIP | Heißisostatisches Pressen |
| HV 10 | Härte Vickers mit einer Prüfkraft von 98,1N |
| I | Massenträgheitsmoment |
| i | Arbeitszyklen pro Umdrehung |
| ISO | International Organization for Standardization |
| kfz | kubisch flächenzentriert |
| krz | kubisch raumzentriert |
| M | Drehmoment |
| MCL | Material Center Leoben |
| n | Drehzahl |

| | |
|---------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| n | Spannungsexponent |
| ÖGI | Österreichisches Gießerei Institut |
| ÖNORM | Österreichische Norm |
| p | Druck |
| p₀ | Umgebungsdruck |
| p_i | indizierter Mitteldruck |
| P_i | innere Leistung |
| PAM | Plasma Arc Melting |
| PCC | Precision Castparts Corporation, Vormateriallieferant |
| Q_c | Aktivierungsenergie des Kriechprozesses (c: creep) |
| ρ | Dichte |
| REM | Rasterelektronenmikroskop |
| R_m | Zugfestigkeit |
| R_{p0,2} | Proportionalitätsgrenze |
| RT | Raumtemperatur |
| S | Schmelze |
| SA | Sägeabschnitt |
| SE | Sekundärelektronen |
| SG | Schleuderguss |
| t | Zeit |
| T_{8/5} | jene Zeit in Sekunden, multipliziert mit 100, welche eine Probe benötigt, um von 800°C auf 500°C abzukühlen |
| T_{γ,solv} | γ-Solvustemperatur |
| T_{eut} | eutektoide Temperatur |
| TEM | Transmissionselektronenmikroskop |
| TiAl | Titanaluminidlegierung |
| TL | Turbolader |
| TNMTM | Titanaluminidlegierung mit einer nominellen Zusammensetzung von Ti -43,5Al -4Nb -1Mo -0,1B |
| TU | Technische Universität |
| V | Volumen |
| V_h | Hubraum pro Zylinder |
| VAR | Vacuum Arc Remelting (Vakuum Lichtbogen Umschmelzen) |
| VIM | Vacuum Induction Melting (Vakuum Induktions Schmelzen) |
| vol.% | Volumenprozent |
| m.% | Massenprozent |
| XRD | Röntgenbeugungsmessung (X-Ray Diffraction) |
| z | Zylinderzahl |
| ZTU | Zeit-Temperatur-Umwandlung |

1 Einleitung und Motivation der Arbeit

Aufgrund höherer Energiekosten und der damit verbundenen Notwendigkeit Energie einzusparen, den Treibstoffverbrauch und Schadstoffausstoß bei Verbrennungsprozessen zu verringern und den Wirkungsgrad zu erhöhen, gewann in letzter Zeit die Entwicklung von Hochtemperaturwerkstoffen, unter anderem für die Anwendungsbereiche Luftfahrt- und Automobilindustrie, zunehmend an Bedeutung. Unter diesen Werkstoffen spielen die intermetallischen Titanaluminidlegierungen aufgrund ihrer einzigartigen Eigenschaft, der geringen spezifischen Dichte, die, abhängig von der Zusammensetzung, im Bereich von 3,8 bis 4,2 g/cm³ liegt, eine besondere Rolle unter den Hochtemperaturwerkstoffen für die oben genannten Anwendungen. Weitere relevante Eigenschaften sind hohe Schmelztemperatur, hoher spezifischer E-Modul, gute Ermüdungsfestigkeit, gute Kriechfestigkeit, gute Oxidationsbeständigkeit, etc. [1,2]. Dies macht TiAl als Alternative zu den Ni-Basislegierungen attraktiv. TiAl wurde 1999 zum ersten Mal als Turbolader-Turbinenlaufradwerkstoff im Mitsubishi Lancer Evolution VI eingesetzt [3]. Aufgrund des Trends hin zum Downsizing von PKW- und LKW-Motoren wird die Rolle des Turboladers immer wichtiger. Der große Vorteil von TiAl ist die oben angeführte geringe Dichte, welche kürzere Ansprechzeiten ermöglicht und somit das so genannte „Turboloch“ bei niedrigen Motordrehzahlen reduziert oder sogar verhindert [4]. Die Herstellung der im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Schmiederohlinge, aus denen mittels anschließender spanender Bearbeitung Turbinenlaufräder hergestellt werden, erfolgte durch Gesenkschmieden eines Sägeabschnittes einer gegossenen und anschließend geHIPten Rundstange. Motivation dieser Arbeit war es, die Werkstoffcharakterisierung nach einem eigenschaftsoptimierten Schmiedeprozess sowie an davon abweichenden Sonderfällen durchzuführen. Dazu wurde das Material vor dem Schmiedeprozess im geHIPten und ungeHIPten Zustand, nach dem Schmiedeprozess sowie nach vom Standardschmiedeprozess abweichenden Parametern untersucht. Es wurde einerseits die Fähigkeit des Standardprozesses und andererseits die Auswirkung veränderter Prozessparameter auf Gefüge und Eigenschaften untersucht. Die umfangreiche Werkstoffcharakterisierung wurde mittels folgender Methoden durchgeführt:

- Rasterelektronenmikroskopie
- Phasenanteilsanalyse mittels Metallografie und Röntgendiffraktometrie
- Thermophysikalischer Messungen
- Härtemessung

1 Einleitung und Motivation der Arbeit

- Zugversuch
- Kriechversuch

2 Theoretische Grundlagen

2.1 Aufgabe und Funktionsweise eines Abgasturboladers sowie Entwicklungsmöglichkeiten

Die innere Leistung P_i eines Verbrennungsmotors wird durch folgende Größen beeinflusst [5]:

- Indizierter Mitteldruck p_i
- Hubraum pro Zylinder V_h
- Zylinderzahl z
- Drehzahl n
- Arbeitszyklen pro Umdrehung i (Zweitaktmotor 1, Viertaktmotor 0,5)

Der indizierte Mitteldruck entspricht dabei dem mittleren Überdruck im Druck-Volumen-Diagramm des Motorenkreisprozesses. Die Definition des indizierten Mitteldrucks ist in Abb. 2.1 dargestellt.

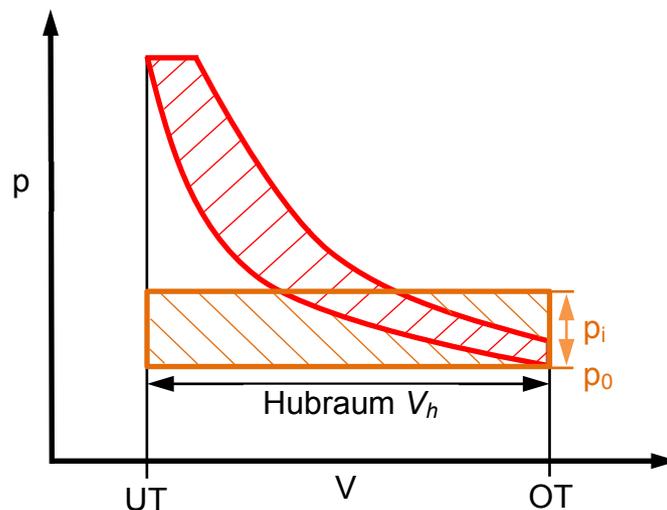


Abb. 2.1: Schematisches, vereinfachtes p-V-Diagramm eines Motorenkreisprozesses, anhand dessen die Ermittlung bzw. Definition des indizierten Mitteldrucks dargestellt ist. Als Volumen wird der Hubraum zwischen oberem Totpunkt OT und unterem Totpunkt UT herangezogen. Der indizierte Mitteldruck entspricht jener Höhe des Rechtecks (Überdruck), bei der Flächengleichheit zwischen diesem und dem Motorenkreisprozess (rote schraffierte Fläche) herrscht. Der Umgebungsdruck wird mit p_0 bezeichnet.

Die innere Leistung P_i lässt sich aufgrund der oben genannten Einflussgrößen nach Gl. 2.1 berechnen [5]:

$$P_i = p_i \cdot V_h \cdot z \cdot n \cdot i \quad (2.1)$$

Weil aufgrund des Downsizings der Hubraum und die Zylinderzahl reduziert werden sollen, die Leistung aber zunehmen soll, bleibt die Möglichkeit, den Ladedruck zu erhöhen. Diese Verdichtung der Ladeluft kann auf mehreren Wegen erfolgen. Eine davon ist der Abgasturbolader. Abb. 2.2 zeigt die Integration eines Abgasturboladers im Verbrennungs- und Ladeprozess.

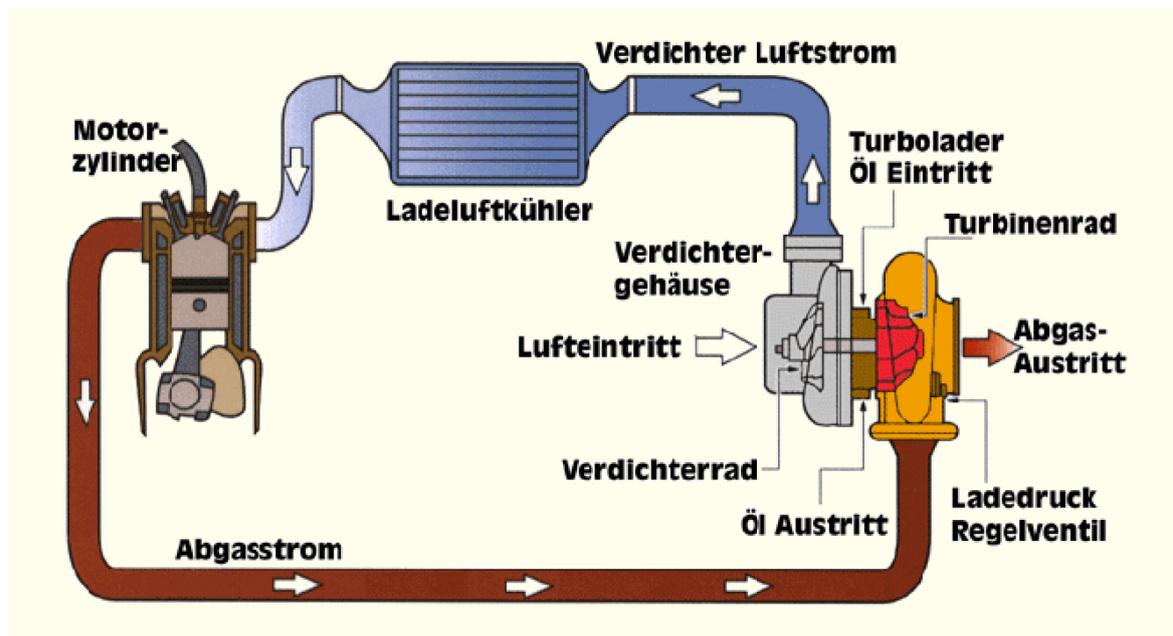


Abb. 2.2: Integration eines Abgasturboladers im Verbrennungs- und Ladeprozess [6].

Ein Abgasturbolader besteht aus einem Turbinenlaufrad und einem radialen Verdichter, die über eine Welle miteinander verbunden sind. Das Turbinenlaufrad wird durch den Abgasmassenstrom angetrieben. Durch das entstehende Druck- und Temperaturgefälle ergibt sich die kinetische Energie, welche über die Welle auf das Verdichterrad übertragen wird. Durch dieses wird die Ladeluft verdichtet. Da sich durch den Verdichtungsprozess die Luft erwärmt und somit die Dichte abnimmt, erfolgt eine Kühlung mit dem Ladeluftkühler. Das hat zur Folge, dass sich die Temperaturdifferenz zwischen Verbrennungstemperatur und Ladelufttemperatur erhöht und somit auch der sich daraus ergebende Wirkungsgrad. Auf diesem Weg ist Leistungssteigerung und Downsizing gleichzeitig möglich [4,7]. Des Weiteren machen immer strengere Abgasnormen eine stetige Entwicklung des Turboladers bzw. des gesamten Antriebsystems notwendig. Die vorliegende Diplomarbeit beschäftigt sich mit dem Werkstoff des abgasseitigen Turboladerlaufrads

(Turbinenlaufrad). Dieses wird zurzeit aus einer Ni-Basislegierung gefertigt (z.B. IN 713C). Folgende Punkte stellen sich dabei als Nachteil heraus:

- Die hohe Dichte ρ von ca. 8 g/cm^3 führt zu einem hohen Massenträgheitsmoment I . Das führt wiederum zu einer verringerten Winkelbeschleunigung α , welche zum „Turboloch“ (unzureichendes Motoransprechverhalten) führt. Gleichung 2.2 verdeutlicht diesen Zusammenhang. Dabei ist M das anliegende Drehmoment, r der Radius, dm die differenzielle Masse, ρ die Dichte und dV das differenzielle Volumen des Turbinenlaufrads. Aufgrund der inhomogenen Masseverteilung zufolge der komplexen Form eines Turbinenlaufrads ergibt sich das Massenträgheitsmoment durch Integration.

$$\alpha = \frac{M}{I} = \frac{M}{\int r^2 \cdot dm} = \frac{M}{\int r^2 \cdot \rho \cdot dV} \quad (2.2)$$

- Hohe Emissionen aufgrund unvollständiger Verbrennung
- Hohe Geräusche und Vibrationen
- Hohe Lagerbelastung
- Nicht zufriedenstellende Lebensdauer aufgrund der hohen Betriebstemperaturen
- Limitierte Drehzahl [4]

Eine Möglichkeit, die Effizienz von Turboladern zu erhöhen, stellt wegen der geringen Dichte von ca. $4,1 \text{ g/cm}^3$ der intermetallische Werkstoff TiAl dar. Das ist ca. die Hälfte der Dichte der zurzeit verwendeten Ni-Basislegierungen. Es ist somit eine Gewichtseinsparung von ca. 50% möglich. Diese geringe Dichte führt zu einem schnelleren Ansprechverhalten des TL (Abb. 2.3) und ist daher willkommen, weil sich dadurch auch das unerwünschte „Turboloch“ verhindern bzw. effektiv minimieren lässt. Abb. 2.3 zeigt die Ergebnisse eines Vergleichs von Turbinenlaufrädern aus TiAl (rote Kurve) und Ni-Basis (blaue Kurve). Es ist sehr gut ersichtlich, dass das Turbinenlaufrad aus TiAl schneller beschleunigt und dass der Ladedruck schneller aufgebaut wird und das Einschwingverhalten ebenfalls günstiger ist.

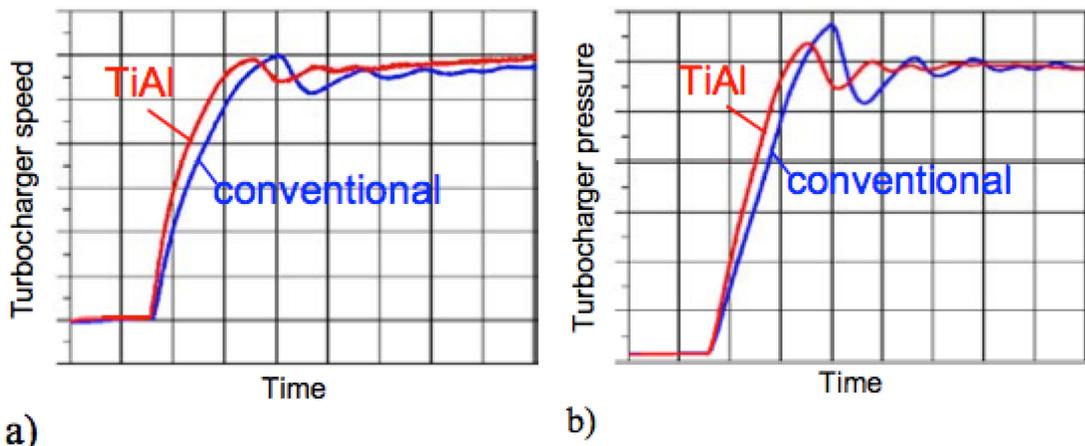


Abb. 2.3: Vergleich der Resultate eines Turboladertests mit TiAl und einer Ni-Basislegierung als Turbinenlaufradwerkstoff. a) Turbinenlaufraddrehzahl und b) Ladedruck [4].

2.2 Untersuchtes TiAl-Legierungssystem TNMTM

Um die im vorherigen Punkt aufgezählten Nachteile welche mit der hohen Dichte der Ni-Basislegierung zusammenhängen eliminieren zu können, wurde TNMTM als Turbinenlaufradwerkstoff ausgewählt.

2.2.1 Gefügebestandteile des Gleichgewichtsgefüges bei Raumtemperatur

TNMTM ist eine γ -TiAl-Basislegierung mit der nominellen Zusammensetzung: Ti -43,5Al -4Nb -1Mo -0,1B (at. %), welche bei Raumtemperatur ein dreiphasiges Gefüge aufweist [8]. In Tab. 2.1 sind die Kristallstrukturen der auftretenden Phasen angegeben.

Tab. 2.1: Kristallstrukturen der drei intermetallischen Phasen in TNMTM bei Raumtemperatur [8].

| Phase | Kristallstruktur | Gittertyp |
|-----------------------------------|------------------|--------------------------------------|
| $\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}$ | DO ₁₉ | geordnet hexagonal |
| $\beta_0 - \text{TiAl}$ | B2 | geordnet kubisch raumzentriert |
| $\gamma - \text{TiAl}$ | L1 ₀ | geordnet tetragonal flächenzentriert |

2.2.2 Basiseigenschaften der TNMTM-Legierung

Dieser Werkstoff zeichnet sich durch folgende Eigenschaften aus: geringe Dichte ρ von 4,16 g/cm³, hoher Schmelzbereich (1530°C bis 1650°C), hohe spezifische

(Kriech-) Festigkeit und Steifigkeit im Temperaturbereich von 600°C bis 800°C, Resistenz gegen Titanfeuer, gute Oxidationsbeständigkeit im Vergleich zu anderen Titanlegierungen sowie die gute Schmiedbarkeit bei Temperaturen > 1000°C, nicht nur isotherm, sondern auch auf konventionelle Weise [9,10].

2.2.3 Phasendiagramm und Phasenfraktionsdiagramm

Begründet wird die gute Schmiedbarkeit durch das Vorliegen der ungeordneten krz β -Phase bei einer Schmiedeverformung im $(\alpha+\beta)$ -Phasengebiet (Abb. 2.4). Des Weiteren wirkt sich der steigende β -Gehalt ab 1250°C positiv auf das Umformverhalten aus (Abb. 2.5). Die für die mechanischen Eigenschaften schädliche, geordnete, β_0 -Phase kann durch geeignete Wärmebehandlung minimiert werden. Ermöglicht wird es dadurch, dass der Anteil der β -Phase bei der γ -Solvustemperatur $T_{\gamma, \text{solv}}$ von ca. 1250°C sein Minimum erreicht (blaue Linie in Abb. 2.5) und bei Anwendungstemperaturen (<800°C) zu geringen Anteilen vorliegt. $T_{\gamma, \text{solv}}$ ist jene Temperatur, oberhalb derer die γ -Phase verschwindet [8].

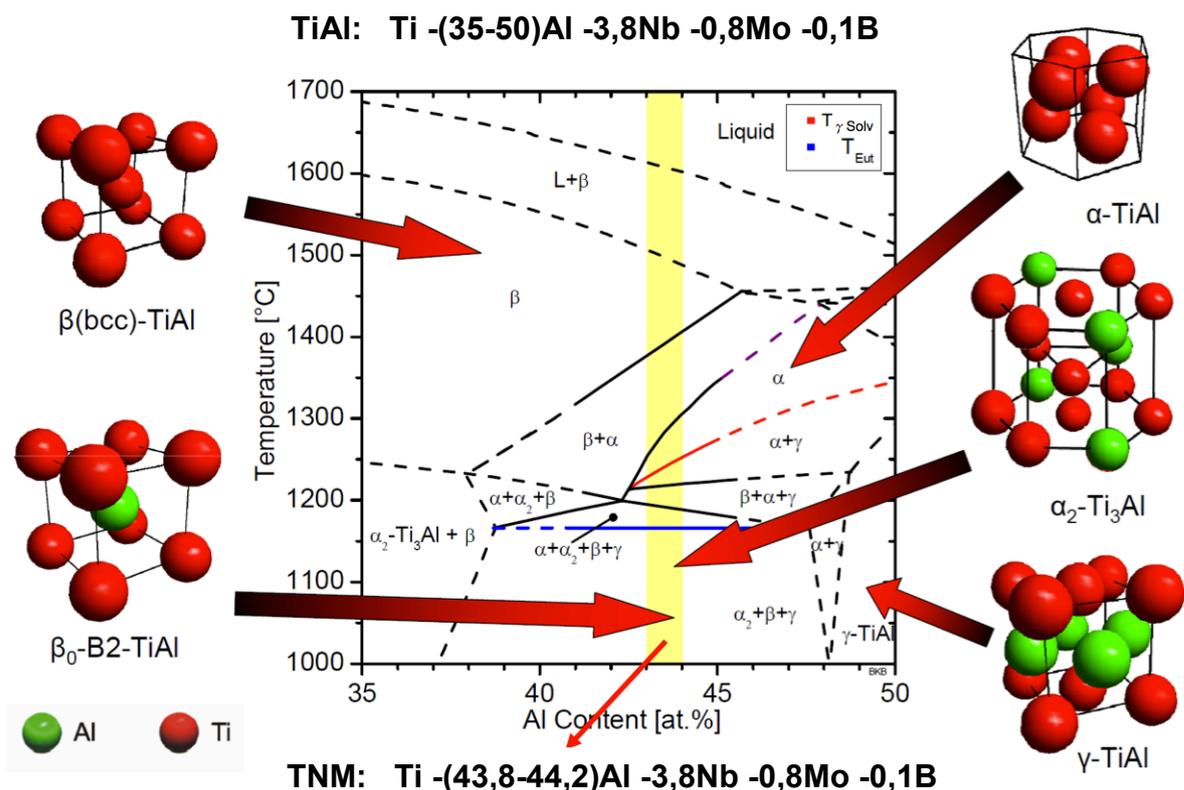


Abb. 2.4: Berechnetes Phasendiagramm von TiAl mit den angegebenen Mengen an Nb, Mo und B. Der TNM™-Legierungsbereich ist gelb markiert [11].

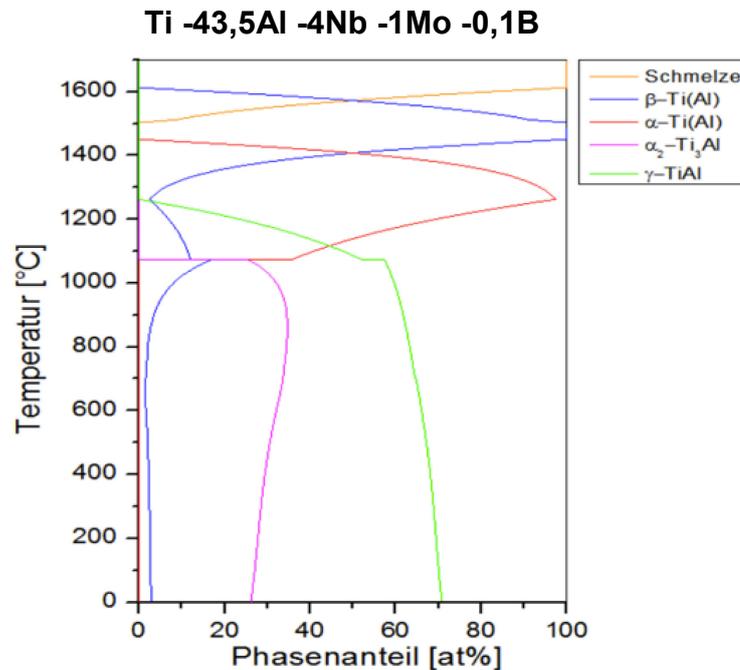


Abb. 2.5: Berechnetes Phasenfraktionsdiagramm der TNM™-Legierung mit der Zusammensetzung Ti -43,5Al -4Nb -1Mo -0,1B. Es ist anzumerken, dass die Berechnung die Höhe der eutektoiden Temperatur unterschätzt [12].

2.2.4 Wirkung der Legierungselemente

In der TNM™-Legierung bildet Ti mit Al die intermetallischen Ordnungsphasen α_2 , β_0 und γ . Nb und Mo wirken als Mischkristallhärter und stabilisieren die β_0 -Phase. Nb fördert auch die Oxidationsbeständigkeit, erhöht den Schmelzpunkt, die eutektoiden Temperatur sowie die $T_{\gamma, \text{solv}}$ [3,8].

2.2.5 Erstarrungspfad

Beim Erstarren einer TNM™-Legierung werden folgende Phasen durchlaufen (Abb. 2.6): $S \rightarrow S + \beta \rightarrow \beta \rightarrow \alpha + \beta \rightarrow \alpha + \beta + \gamma \rightarrow \alpha + \beta_0 + \gamma \rightarrow \alpha + \alpha_2 + \beta_0 + \gamma \rightarrow \alpha_2 + \beta_0 + \gamma$. Bei RT liegt dabei immer ein höherer Anteil der Nb- und Mo-reichen β_0 -Phase vor als es im thermodynamischen Gleichgewicht zu erwarten wäre. Der Grund dafür ist der, dass die bei technischen Herstellprozessen vorliegenden Abkühlgeschwindigkeiten zu hoch sind um den entsprechenden β_0 -Anteil aufzulösen, damit das thermodynamische Gleichgewicht (siehe Abb. 2.5) erreicht wird [8].

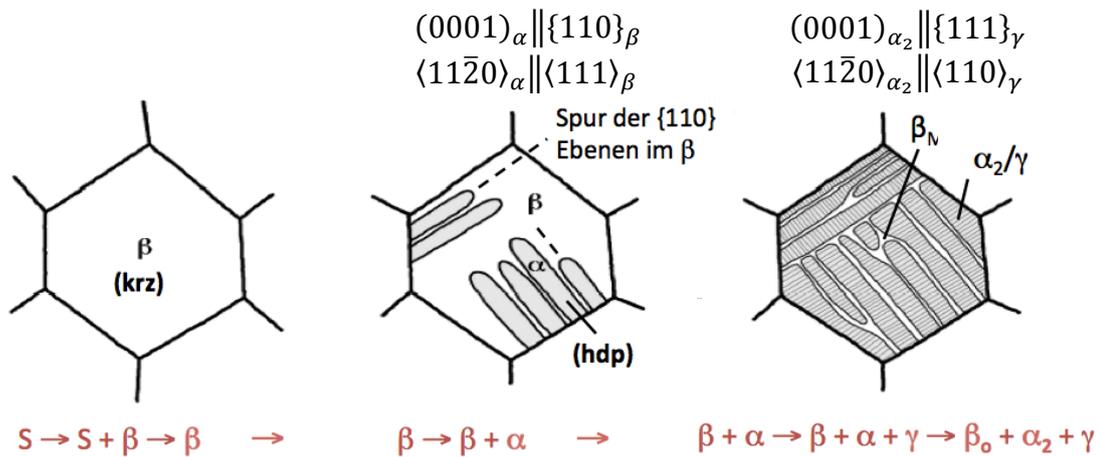


Abb. 2.6: Erstarrungspfad und schematische Darstellung der Gefügeausbildung einer TNMTM-Legierung sowie die geltende Burgers- und Blackburn-Orientierungsbeziehung [13].

2.2.6 Gussgefüge

TNMTM kann auf mehrere Arten hergestellt werden. Abb. 2.7 zeigt beispielhaft das Gefüge eines Ingots, welcher durch zweifaches Umschmelzen im Vakuum mittels Abschmelzelektrode (VAR) hergestellt wurde. Bei Raumtemperatur treten dabei drei Gefügebestandteile auf: 1) lamellare α_2/γ -Kolonien, umgeben von 2) β_o -Saum mit hellem Kontrast und 3) γ -Körnern mit dunklem Kontrast (Abb. 2.7) In den lamellaren Kolonien gilt die sogenannte Blackburn-Orientierungsbeziehung (Abb. 2.6): $(0001)_{\alpha_2} \parallel \{111\}_\gamma$ und $\langle 11\bar{2}0 \rangle_{\alpha_2} \parallel \langle 110 \rangle_\gamma$ [14]. Dies wird sofort verständlich, wenn man sich die Ebenen dichtester Packung ansieht, diese ist im hexagonalen α_2 -Gitter die (0001)-Basalebene und im tetragonal verzerrten flächenzentrierten γ -Gitter die (111)-Ebene. Für die aus der β_o -Phase ausgeschiedenen γ -Körner gilt die Beziehung: $\{111\}_\gamma \parallel \{110\}_{\beta_o}$ und $\langle 1\bar{1}0 \rangle_\gamma \parallel \langle 1\bar{1}1 \rangle_{\beta_o}$ [8].

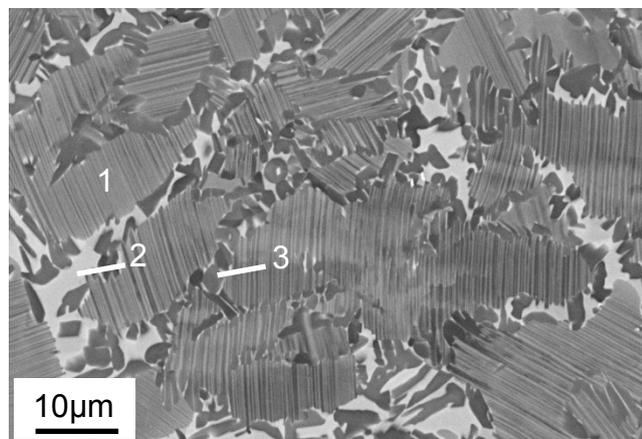


Abb. 2.7: REM-Gefügeaufnahme eines, mittels VAR zweimal umgeschmolzenen, TNMTM-Ingots.

2.2.7 Einfluss der Abkühlgeschwindigkeit bei Abkühlung aus dem ($\alpha+\beta$)-Phasengebiet

Die Abkühlgeschwindigkeit hat einen großen Einfluss auf die Ausbildung des Endgefüges. Dieser Einfluss ist in Abb. 2.8 in einem ZTU-Diagramm dargestellt [15]. Hierbei wurde eine TNMTM-Legierung kontrolliert aus dem ($\alpha+\beta$)-Phasengebiet abgekühlt. Bei langsamer Abkühlgeschwindigkeit mittels Luftabkühlung (blaue Kurve in Abb. 2.8, $\lambda=1,0$) entsteht ein so genanntes „Nearly Lamellar β “-Gefüge, welches einen bestimmten Anteil an β_0 -Phase aufweist (Abb. 2.11a). λ oder auch $T_{8/5}$ ist jene Zeit in Sekunden, multipliziert mit 100, welche die Probe benötigt, um von 800°C auf 500°C abzukühlen. Weil der α_2/γ -Lamellenabstand in den Kolonien durch Diffusion kontrolliert wird, wird dieser Abstand umso größer, je kleiner die Abkühlgeschwindigkeit ist. Ein solches Gefüge entspricht dem in Abb. 2.7. Wenn die Abkühlgeschwindigkeit erhöht wird, kommt es zu einer deutlichen Behinderung diffusionsgesteuerter Umwandlungen. Es entsteht ein Gefüge bestehend aus lamellaren α_2/γ -Kolonien mit extrem feinem Lamellenabstand (Ölabschreckung, grüne Kurve in Abb. 2.8, $\lambda=0,3$). Eine noch höhere Abkühlgeschwindigkeit unterdrückt die γ -Lamellenausscheidung aus der $\alpha(\alpha_2)$ -Phase (Abb. 2.8). Beim Abschrecken in Wasser liegt ein Gefüge bestehend aus α_2 - und β_0 -Körnern vor (rote Kurve in Abb. 2.8, $\lambda=0,1$). Die $\alpha \rightarrow \alpha_2$ Ordnungsumwandlung kann auch hier nicht unterdrückt werden, d.h. es finden noch immer kurzreichweitige Diffusionsprozesse statt [8].

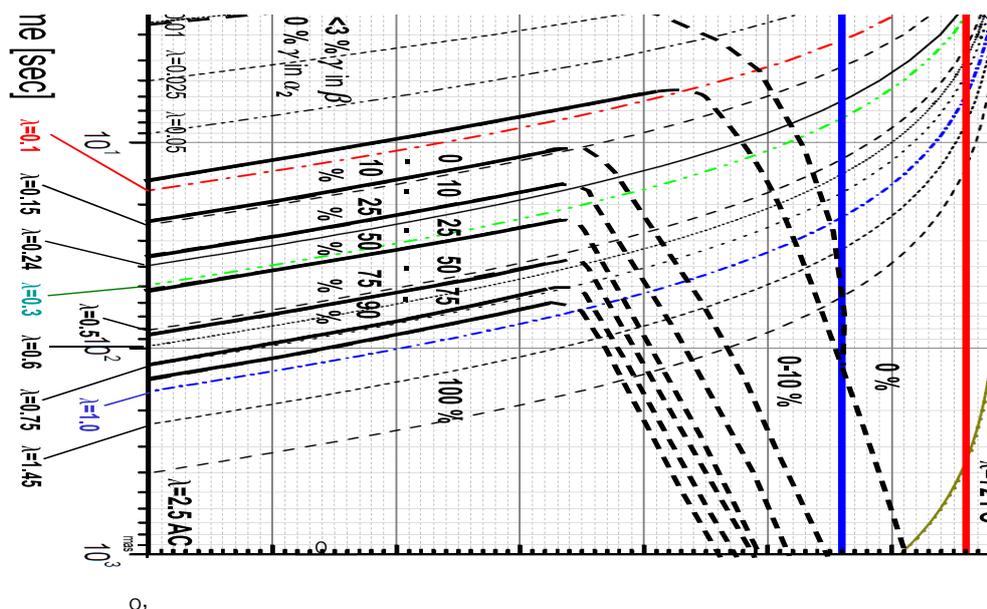


Abb. 2.8: Kontinuierliches ZTU-Schaubild für eine TNMTM-Legierung mit der Zusammensetzung Ti -43,9Al -4Nb -0,95Mo -0,1B, die mit unterschiedlichen kontrollierten Abkühlzeiten λ von einer Temperatur von 1290°C abgekühlt wurde. Vor dem Abkühlen wurde die Probe 10min auf konstanter Temperatur gehalten. Dabei entspricht λ , multipliziert mit 100, jener Zeit in Sekunden die vergeht, um den Werkstoff von 800°C auf 500°C abzukühlen. $\lambda=0,1$ entspricht Wasserabschrecken, $\lambda=0,3$ Ölabschrecken und $\lambda=1,0$ Luftabkühlung. Die Prozentwerte ohne weiteren Zusatz geben den ausgeschiedenen γ -Anteil in den α_2/γ -Kolonien an. 100% entsprechen dem γ -Phasenanteil in den Kolonien im thermodynamischen Gleichgewicht [15].

2.2.8 Gefüge nach HIPen

Wenn die Schmelze erstarrt, weist der Ingot nach dem Erstarren eine bestimmte Gussporosität und chemische Inhomogenität auf. Diese Porosität kann durch HIPen oberhalb der eutektoiden Temperatur geschlossen werden. Abb. 2.9a zeigt als Beispiel ein mittels Schleuderguss hergestelltes Gefüge. Dieses hat im Gegensatz zu dem VAR-Ingot in Abb. 2.7 ein feineres Gefüge. Die α_2/γ -Lamellen sind auch im REM nicht mehr auflösbar. Der Grund dafür ist die höhere Abkühlgeschwindigkeit. Das bedeutet auch, dass die Phasen dieses Gefüges bezüglich Menge und Zusammensetzung nicht im thermodynamischen Gleichgewicht vorliegen. Dieses Ungleichgewicht ist die treibende Kraft im darauffolgenden HIP-Prozess. Abb. 2.9b zeigt das Gefüge, das sich nach einem vierstündigen HIP-Prozess bei einem Druck von 200MPa und einer Temperatur von 1200°C, mit anschließender kontrollierter

Abkühlung, einstellt. Es ist zu erkennen, dass sich der Anteil an globularem γ merklich erhöht hat. Dabei ist das globulare γ durch die teilweise Zersetzung der β_0 -Säume ($\beta_0 \rightarrow \gamma$) entstanden. Das entstandene γ hat sich während der Haltezeit vergrößert. Die Phasenanteile entsprechen ungefähr der Zusammensetzung in Abb. 2.5 bei RT. Diese Gleichgewichtszusammensetzung ergibt sich daraus, dass aufgrund der hohen thermischen Trägheit einer HIP Anlage diese nur sehr langsam abkühlt. Somit bleibt zum Einstellen der Phasenanteile genügend Zeit [8].

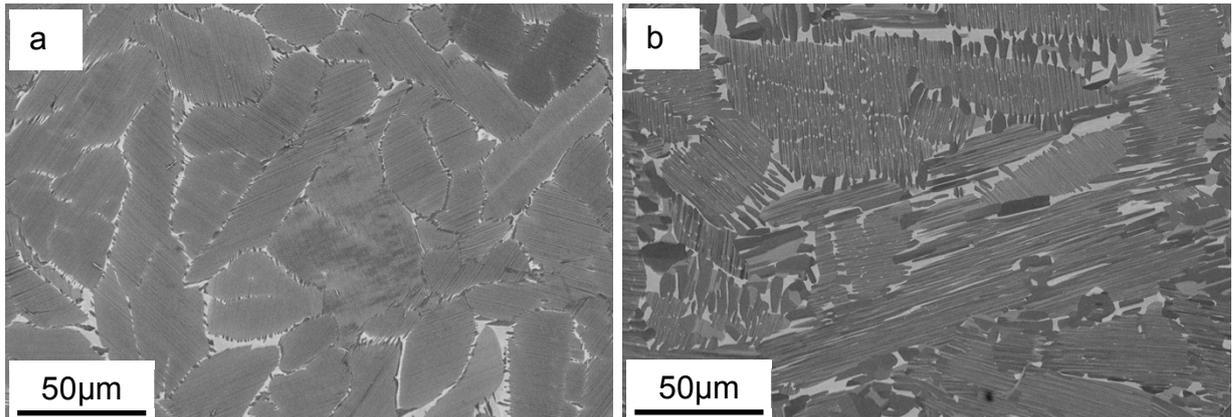


Abb. 2.9: Gefügeausbildung eines gegossenen PCC-Vormaterials: a) ungeHIPt und b) geHIPt.

2.2.9 Korrelation zwischen Mikrostruktur und Eigenschaften

Änderungen der Gefügestruktur bewirken Änderungen der Eigenschaften auf makroskopischer Ebene. Im vorliegenden Fall sind die Auswirkungen auf die mechanischen Eigenschaften von Interesse. Abb. 2.10 stellt diesen Zusammenhang für den Fall eines „Nearly Lamellar γ “-Gefüges schematisch dar. In der vorliegenden Diplomarbeit wurden aber „Nearly Lamellar β “-Gefüge eingestellt. Dieser Gefügetyp weist keine globularen γ -Körner auf. Trotzdem kann Abb. 2.10 herangezogen werden, um die generelle Gefüge-Eigenschaftsbeziehung in TNMTM-Legierungen zu beschreiben.

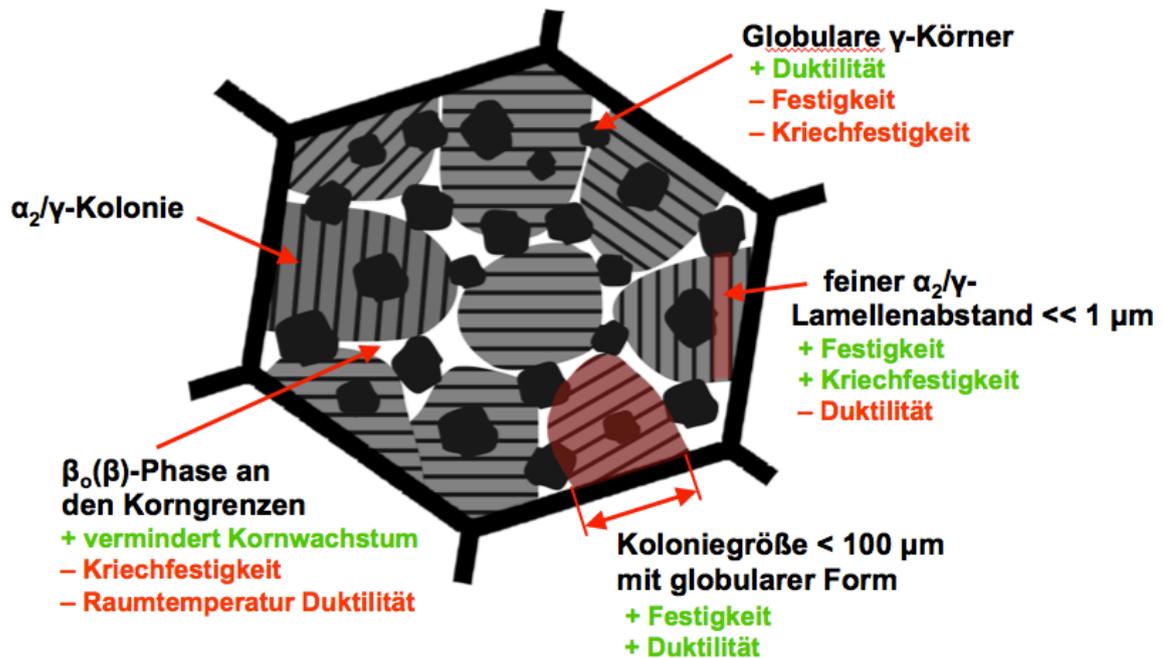
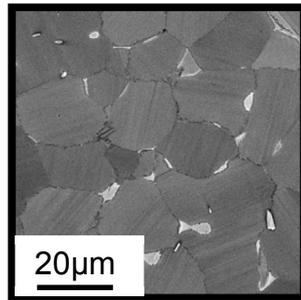


Abb. 2.10: Für den Fall eines „Nearly Lamellar γ “-Gefüges ist schematisch dargestellt, wie die unterschiedlichen Gefügebestandteile die mechanischen Eigenschaften positiv als auch negativ beeinflussen [16].

2.3 Wärmebehandlung und Schmiedung einer TNMTM-Legierung

Der große Vorteil der TNMTM-Legierung ist der, dass sie auf konventionelle Weise schmiedbar ist [10]. Dies wird dadurch erreicht, weil die krz β -Phase mehr voneinander unabhängige Gleitsysteme besitzt als die hexagonale α -Phase. Durch das Vorliegen der β -Phase ist die Legierung oberhalb der $T_{\gamma,\text{solv}}$, d.h. im $(\alpha+\beta)$ -Phasengebiet relativ einfach verformbar. Man erspart sich somit den teureren isothermen Schmiedeprozess [17]. Als Umformverfahren wird das Schmieden mit vorgewärmten Gesenken („Hot-die“-Verfahren) angewandt. Weil die Mikrostruktur mit den mechanischen Eigenschaften korreliert (Abb. 2.10), ist es sinnvoll, die Umformung auf optimale mechanische Eigenschaften hin einzustellen. Das ist mittels Auswahl der passenden Schmiede- bzw. Wärmebehandlungstemperatur möglich. Bei einer Schmiedetemperatur von 1340°C mit anschließender Luftabkühlung stellt sich „Nearly Lamellar β “ ein (Abb. 2.11a). Ein solches Gefüge weist sehr gute Kriecheigenschaften auf [16]. Ein „Nearly Lamellar γ “-Gefüge stellt einen Kompromiss zwischen guter Raumtemperaturduktilität und guten Kriecheigenschaften dar. Ein solches Gefüge stellt sich bei Schmiede- (Glüh-) Temperaturen um 1200°C, im $(\alpha+\beta+\gamma)$ -Phasengebiet, ein [16].

a) Nearly Lamellar β :
 $\beta_0 + \alpha_2/\gamma$ -Kolonien
 $T > T_{\gamma,\text{solv}}$



b) Nearly Lamellar γ :
 γ -globular + $\beta_0 + \alpha_2/\gamma$ -Kolonien
 $T < T_{\gamma,\text{solv}}$

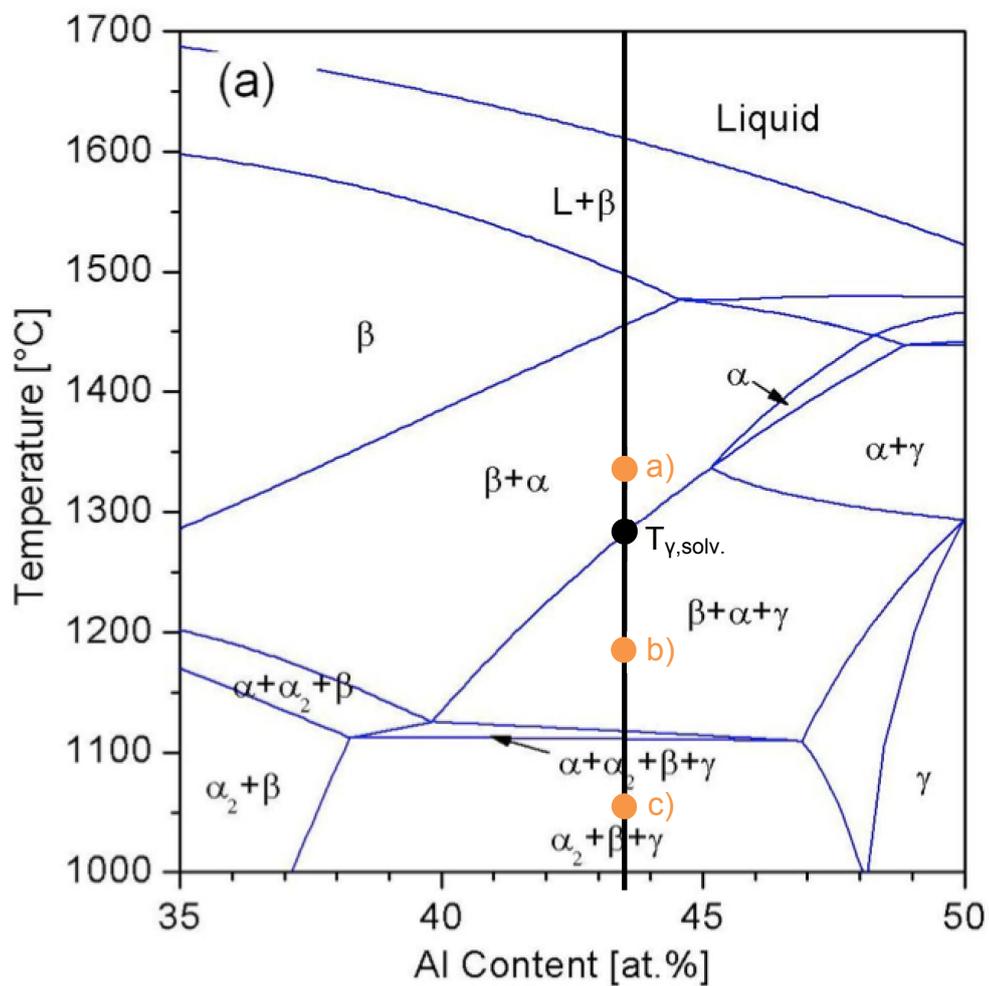
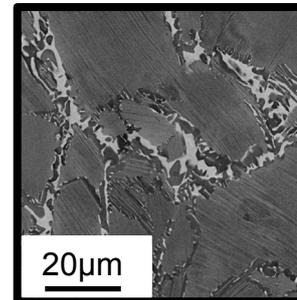


Abb. 2.11: Einstellen des Gefüges einer TNMTM-Legierung mit der Zusammensetzung Ti -43,5Al -4Nb -1Mo -0,1B mittels unterschiedlicher Schmiedetemperaturen bzw. Wärmebehandlungen und Klassifizierung der dadurch entstehenden Gefügetypen: a) Nearly Lamellar β und b) Nearly Lamellar γ [15].

3 Experimentelles

3.1 Vormaterialherstellung

3.1.1 Vormaterial von GfE

Die untersuchte TNMTM-Legierung wurde mit dem sogenannten „VAR Skull Melter and Centrifugal Casting“-Verfahren hergestellt. Bei diesem Verfahren wird ein mittels VAR einmal oder zweimal umgeschmolzener Ingot im Skull-Melter aufgeschmolzen. Der in den Schmelztiegel auftreffende Lichtbogen sorgt dabei für eine gute Durchmischung der Schmelze und somit für ein homogenes Gussgefüge. Anschließend wird die Schmelze aus dem Tiegel in eine Schleudergussanlage entleert und zu zylindrischen Ingots mit einem Durchmesser von 55mm und einer nutzbaren, d.h. lunkerfreien, Länge von 200mm vergossen. Dieser Prozess ist gegenwärtig der technologisch am weitesten entwickelte für β -erstarrende TiAl-Basislegierungen. Dieses Verfahren hat im Gegensatz zum VIM, einem Vakuum-Induktionsschmelzen, eine wesentlich bessere Energieeffizienz. Anschließend erfolgt ein HIPen mit einem Druck von 200MPa bei 1200°C für eine Dauer von 4 Stunden, um die im Gießprozess entstandene Porosität zu schließen [18,19].

3.1.2 Vormaterial von PCC

Der Unterschied zur Vormaterialherstellung von GfE ist der, dass anstatt des VAR-Verfahrens, ein Plasmaschmelzverfahren (Plasma Arc Melting, PAM) verwendet wird, welches ebenfalls mit einer Schleudergussanlage gekoppelt ist. Nähere Details sind aber unbekannt.

3.2 Schmiedeprozess

Bevor der Ingot dem Schmiedeprozess zugeführt werden kann, muss die Mantelfläche durch Drehen bearbeitet werden und der Ingot in kürzere zylindrische Stücke zersägt werden. Diese Sägeabschnitte haben einen Durchmesser von 45mm und eine Länge von 29mm. Für den Umformprozess wird der Rohling auf eine Schmiedetemperatur von 1340°C erwärmt. Bei dieser Temperatur befindet sich die Legierung im $(\alpha+\beta)$ -Phasengebiet deutlich über $T_{v,solv}$. Danach erfolgt eine schnelle Gesenkschmiedelumformung an einer Exzentrerschmiede mittels vorgeheizten Ge-

senken. Anschließend kühlt der Schmiedeteil an Luft bis auf Raumtemperatur kontrolliert ab [18]. Die Schmiedeumformung erfolgte bei der Firma GHV Schmiedetechnik GmbH in Deutschland.

3.3 Gefüge und Phasencharakterisierung

3.3.1 Mikroskopische Methoden

Das zur Gefügeuntersuchung benötigte Probenmaterial wurde mit einer Trennmaschine vom Typ AbrasiMatic 300 der Firma Buehler, Deutschland, zerteilt und anschließend die Schnittfläche mittels Nassschleifgerät vom Typ Tegrapol-31 der Firma Struers, Deutschland, mit SiC-Schleifpapier folgender Körnungen geschliffen: 180, 320, 500, 800, 1000, 1200, 2400 und 4000. Das darauffolgende Polieren wurde mit einem Elektropoliergerät vom Typ LectroPol-5 von Struers durch den dazugehörigen Elektrolyten A3 mit einer Flussrate von 15, einer Spannung von 36V und einer Ätzeit von 25s durchgeführt. Die Gefügebilder wurden an einem REM vom Typ EVO 50 der Firma Zeiss, Deutschland, mit einer Vergrößerung von 200, 500 und 1500fach an verschiedenen Positionen, wie sie in Abb. 3.1 für Sägeabschnitt und Schmiederohling dargestellt sind, aufgenommen. Es wurde ausschließlich der BSE-Aufnahmemodus verwendet, weil dadurch die Phasen besser kontrastierbar sind als im SE-Modus.

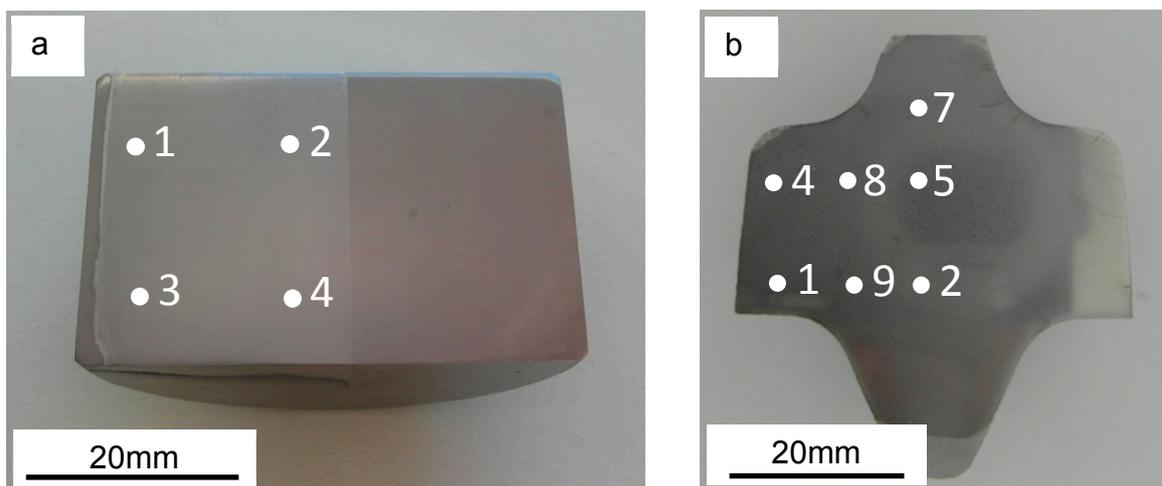


Abb. 3.1: Positionsnummern für die nachfolgenden REM-Gefügaufnahmen und Härtemessungen von a) Sägeabschnitt und b) Schmiederohling.

Um die REM-Aufnahmen auf gleichmäßige Helligkeit und gleichmäßigen Kontrast zu bringen, wurden diese in Adobe Photoshop CS5 bearbeitet. Um eine quantitative Analyse des β_0 -Anteils durchführen zu können, ist es notwendig, den Kontrast zwi-

schen β_0 und nicht β_0 -Gefügeanteilen mittels diversen Filtern zu erhöhen. Eine detaillierte Anleitung dafür nach [20] befindet sich im Anhang A. Anschließend wurde mit der Software Analysis Pro der Firma Olympus, Japan, der β_0 -Phasenanteil nach [20] ausgewertet. Die detaillierte Beschreibung dazu befindet sich ebenfalls in Anhang A.

3.3.2 Diffraktionsmethoden und Rietveld-Analyse

Die Röntgenbeugungsmessungen wurden auf einem Diffraktometer vom Typ D8 Advance der Firma Bruker AXS, USA, durchgeführt. Die Proben wurden, wie in 3.3.1. beschrieben, geschliffen und elektrolytisch poliert. Es wurde mit einer $\text{Cu-K}\alpha$ -Strahlung mit einer Wellenlänge λ von $1,542\text{\AA}$ gemessen. Die Spannung wurde auf 40kV und die Stromstärke auf 40mA eingestellt. Als Messparameter wurden folgende Werte gewählt: ein Startwinkel 2θ , von 11° , ein Endwinkel 2θ von 82° , eine Schrittweite von $0,02^\circ$ und eine Messzeit pro Schritt von 2,5s. Die Probe rotierte daher während der Messung mit einer Drehzahl von $0,4\text{s}^{-1}$. Um den Massenanteil der enthaltenen Phasen zu erhalten, wurde an den Diffraktogrammen eine Rietveld-Analyse durchgeführt. Diese ermöglicht es aus den Intensitäten im Diffraktogramm die jeweiligen Phasenanteile zu berechnen [21]. Dazu wurde die Software Topas der Firma Bruker AXS, USA, verwendet. Dabei ist mit einem Messfehler von $\pm 2\text{m}\%$ zu rechnen [21]. Um diese Ergebnisse mit jenen aus der quantitativen Metallografie vergleichen zu können, wurden diese von $\text{m}\%$ auf $\text{vol}\%$ umgerechnet.

3.4 Thermophysikalische Eigenschaften

Die thermophysikalischen Eigenschaften wurden an Geräten der Firma NETZSCH, Deutschland, im Temperaturbereich von RT bis 1100°C gemessen. Für die spezifische Wärmekapazität wurde ein dynamisches Differenzkalorimeter, für die thermische Ausdehnung ein Dilatometer und für die Temperaturleitfähigkeit eine Laserflashanlage verwendet. Angaben zum verwendeten Gerätetyp, der Probenabmessung und der verwendeten Messnorm befinden sich in Tab. 3.1.

Tab. 3.1: Angaben zum verwendeten Gerätetyp, der Probenabmessung und der verwendeten Messnorm zur Ermittlung der jeweiligen thermophysikalischen Eigenschaft.

| Thermophysikalische Eigenschaft | Gerätetyp | Probenabmessung Durchmesser x Länge | Messnorm |
|---------------------------------|-----------|----------------------------------------|-------------------------|
| Spezifische Wärmekapazität | DSC 404 | 6mm x 1,5mm | ÖNORM EN 821-3 (2005) |
| Thermische Ausdehnung | 402CD | 6mm x 25mm | DIN 51045 Teil 1 (2005) |
| Temperaturleitfähigkeit | LFA427 | 12,5mm x 3mm | ÖNORM EN 821-2 (1997) |

3.5 Mechanische Eigenschaften

3.5.1 Härtemessungen

Die Härtemessungen wurden an einem Universalhärteprüfgerät vom Typ M4C 025 G3M der Firma EMCO-TEST, Österreich, durchgeführt. Es wurde das Verfahren nach Vickers mit einer Prüfkraft von 98,1N (HV 10) und einer Eindringzeit von 15s gewählt und nach DIN EN ISO 6507 geprüft. Die Härtewerte in dieser Arbeit werden mit einem arithmetischen Mittelwert und der Standardabweichung, welche sich aus den gesamten Messungen an einer Probe ergeben, angegeben. An jeder, in Abb. 3.1a und b markierten, Position wurden drei Einzelmessungen durchgeführt.

3.5.2 Zugversuche

Die Zugversuche wurden an einer Universalprüfmaschine mit Ofengestänge und Kraftaufnehmer mit bis zu 250kN (Abb. 3.2) vom Typ Z250 der Firma Zwick, Deutschland, im Bereich von RT bis 850°C durchgeführt. Die für die Hochtemperaturversuche verwendete Heizeinrichtung war ein Ofen auf Basis einer Widerstandsheizung der Firma Maytec, Deutschland. Die Dehnung wurde mit einem Laserextensometer von Zwick gemessen. Die Proben wurden nach DIN 50 125:2009-07 mit einem Durchmesser von 6mm und einer Anfangsmesslänge l_0 von 30mm gefertigt. Eine Fertigungszeichnung dazu befindet sich in Anhang B. Die Prüfgeschwindigkeit für alle Versuche betrug 1mm/min.



Abb. 3.2: Zugprüfmaschine mit Heizeinrichtung auf Basis einer Widerstandsheizung.

3.5.3 Kriechversuche

Die Kriechversuche wurden bei Temperaturen von 700°C, 725°C und 750°C und Ausgangsspannungen von 142MPa, 150MPa, 200MPa, 237MPa und 250MPa durchgeführt. Es wurden Kriechproben mit einem Durchmesser von 6mm verwendet, welche nach der Zeichnung in Anhang C gefertigt wurden. Es wurden Kriechversuchseinrichtungen des Typs TC30 und TC50 der Firma Mayes, Deutschland, verwendet. Eine Anlage des Typs TC30 ist in Abb. 3.3 dargestellt. Mit der Software EVApro der Firma Bedo Elektronik GmbH, Deutschland, wurden die Kriechkurven aufgezeichnet.



Abb. 3.3: Kriechversuchsanlage des Typs TC30 der Firma Mayes.

4 Ergebnisse und Diskussion

4.1 Vormaterial

Als Spezifikation für die chemische Zusammensetzung der TNMTM-Legierung wurden die Vorgaben der Hanseatischen Waren Handelsgesellschaft mbH & CO. KG aus Tab. 4.1 angewendet.

Tab. 4.1: Spezifikation der Hanseatischen Warenhandelsgesellschaft mbH & CO. KG für TNMTM-Legierungen in m.% und at.%.

| Legierungselemente | Element | Ti | Al | | Nb | | Mo | | B | |
|-----------------------|---------|------|-------|-------|-------------|------|-------|-----|-----------------|-------|
| | Einheit | bal. | von | bis | von | bis | von | bis | von | bis |
| Spezifikation | m. [%] | x | 28,6 | | 9,2 | | 2,3 | | 0,026 | |
| Toleranz | m. [%] | x | ± 0,5 | | -0,7 / +0,4 | | ± 0,5 | | -0,007 / +0,008 | |
| Spezifikationsgrenzen | m. [%] | x | 28,1 | 29,1 | 8,5 | 9,6 | 1,8 | 2,8 | 0,019 | 0,034 |
| Spezifikation | at. [%] | x | 43,48 | | 4,06 | | 0,98 | | 0,099 | |
| Umrechnung | at. [%] | x | 43,07 | 44,31 | 3,74 | 4,24 | 0,77 | 1,2 | 0,07 | 0,13 |

| Verunreinigungen | Element | H | N | O | C |
|------------------|----------|--------|--------|-------|-------|
| | Einheit | | | | |
| Spezifikation | m. [ppm] | <50 | <150 | <800 | <200 |
| Massenprozent | m. [%] | <0,005 | <0,015 | <0,08 | <0,02 |
| Atomprozent | at. [%] | <0,2 | <0,04 | <0,21 | <0,07 |

4.1.1 Vormaterial von GfE

In Tab. 4.2 ist die chemische Zusammensetzung der verwendeten GfE-Chargen aufgelistet. Die Messergebnisse stammen aus den Abnahmeprüfzeugnissen von GfE.

Tab. 4.2: Chemische Zusammensetzung von vier verschiedenen Chargen des untersuchten GfE-Vormaterials in at.%.

| Charge | Ti | Al | Nb | Mo | B | O | N | H | C |
|--------|-------|-------|------|------|------|------|-------|-------|------|
| 121047 | 51,23 | 43,21 | 4,13 | 1,04 | 0,09 | 0,18 | 0,01 | 0,08 | 0,03 |
| 121196 | 51,31 | 43,32 | 4,13 | 1,05 | 0,09 | 0,08 | 0,005 | 0,002 | 0,01 |
| 121370 | 51,32 | 43,18 | 4,14 | 1,04 | 0,09 | 0,15 | 0,01 | 0,04 | 0,03 |
| 121372 | 49,23 | 45,21 | 4,13 | 1,04 | 0,09 | 0,18 | 0,01 | 0,08 | 0,03 |

Beim Vergleich ist zu erkennen, dass die Analysen den Vorgaben der Hanseatischen Warenhandelsgesellschaft entsprechen. Ausnahme ist Charge 121372, die wegen dem zu hohen Al-Gehalt außerhalb der Spezifikation liegt.

Abb. 4.1 zeigt exemplarisch das Gefüge des geHIPten Gussmaterials von GfE bei zwei unterschiedlichen Vergrößerungen. Es wurden vier Sägeabschnitte an den vier Positionen, die in Abb. 3.1a markiert sind, untersucht. Die Tatsache, dass es sich hier um ein geHIPtes Gefüge handelt ist deutlich am groblamellaren Zustand sowie daran, dass der β_0 -Saum durch ausgeschiedene γ -Körner aufgebrochen wurde, zu erkennen.

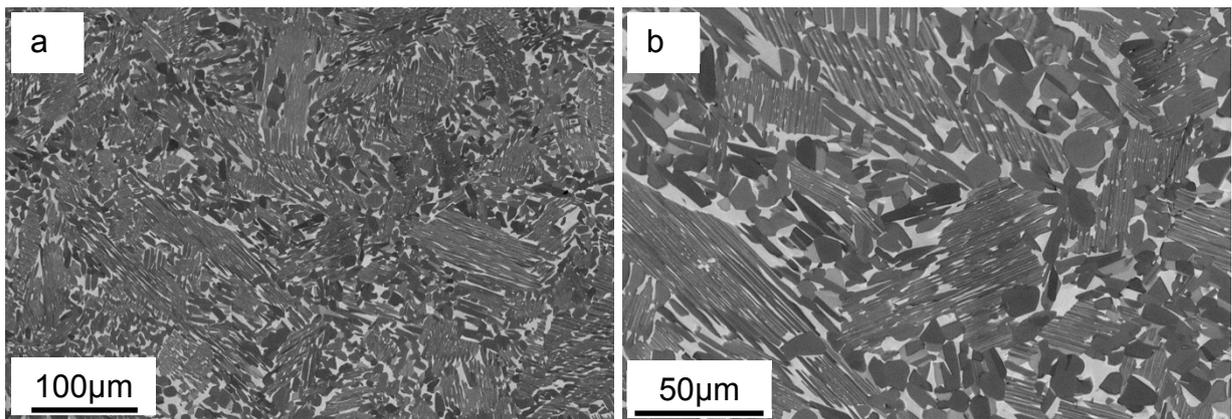


Abb. 4.1: REM-Aufnahme eines Sägeabschnitts aus geHIPtem GfE-Gussmaterial bei zwei unterschiedlichen Vergrößerungen. GfE-Charge: 121047.

An den in Abb. 4.1 dargestellten REM-Aufnahmen wurde mittels quantitativer Metallografie der β_0 -Anteil ausgewertet. Tab. 4.3 zeigt den Mittelwert des β_0 -Anteils und die Standardabweichung über die vier Positionen eines Sägeabschnitts.

Tab. 4.3: β_0 -Phasenanteile (in vol.%) mit Standardabweichung, ermittelt an REM-Aufnahmen von Sägeabschnitten aus geHIPtem GfE-Gussmaterial.

| Charge | β_0 | Standardabweichung |
|--------|-----------|--------------------|
| 121047 | 18,6 | 3,32 |
| 121196 | 17,3 | 2,29 |
| 121370 | 16,2 | 1,17 |
| 121372 | 15,0 | 1,64 |

Die α_2 - und γ -Phasenanteile in den Kolonien sind wegen der sehr feinen Lamellenabstände mittels qualitativer Metallografie nicht mehr ermittelbar. Deswegen wurden

Röntgenbeugungsmessungen mit anschließender Rietveld-Analyse durchgeführt, deren Ergebnisse in Tab. 4.4 aufgelistet sind.

Tab. 4.4: Ergebnisse der Rietveld-Analyse von Sägeabschnitten aus geHIPtem GfE-Gussmaterial in vol.%.

| Charge | α_2 | β_0 | γ |
|--------|------------|-----------|----------|
| 121047 | 11,8 | 15,8 | 72,4 |
| 121196 | 14,1 | 16,0 | 69,9 |
| 121370 | 14,4 | 16,6 | 69,0 |
| 121372 | 13,8 | 16,8 | 69,4 |

Es ist zu erkennen, dass der β_0 -Phasenanteil bei beiden Verfahren sehr gut übereinstimmt, mit einer maximalen Abweichung von 2,8%. Des Weiteren wurden an jedem Sägeabschnitt Härtemessungen nach Vickers durchgeführt. Die gemittelten Härtewerte mit Standardabweichung sind in Tab. 4.5 aufgelistet.

Tab. 4.5: Härtemessergebnisse mit Standardabweichung an Sägeabschnitten aus geHIPtem GfE-Gussmaterial nach HV 10.

| Probenname | Härte | Standardabweichung |
|------------|-------|--------------------|
| GfE 121047 | 355 | 6,6 |
| GfE 121196 | 354 | 4,2 |
| GfE 121370 | 345 | 5,0 |
| GfE 121372 | 340 | 2,8 |

4.1.2 Vormaterial von PCC

In Tab. 4.6 ist die chemische Analyse der verwendeten PCC-Charge angeführt.

Tab. 4.6: Chemische Analyse der Charge des untersuchten PCC-Gussmaterials in at.%.

| Charge | Ti | Al | Nb | Mo | B | O | N | H | C |
|--------|-------|-------|------|------|------|------|------|------|------|
| 261111 | 51,32 | 43,78 | 3,86 | 0,89 | 0,11 | 0,23 | 0,03 | 0,04 | 0,04 |

Beim Vergleich ist zu erkennen, dass die Analyse den Vorgaben der Hanseatischen Warenhandelsgesellschaft entspricht. Abb. 4.2 zeigt exemplarisch das Gefüge des geHIPten Gussmaterials von PCC bei zwei unterschiedlichen Vergrößerungen. Es wurde ein Sägeabschnitt an den vier Positionen, wie in Abb. 3.1a dargestellt, untersucht. Da das Gefüge an den jeweiligen Positionen keine wesentlichen Unterschiede aufweist, sind in Abb. 4.2 nur die REM-Aufnahmen einer Position („2“) abgebildet.

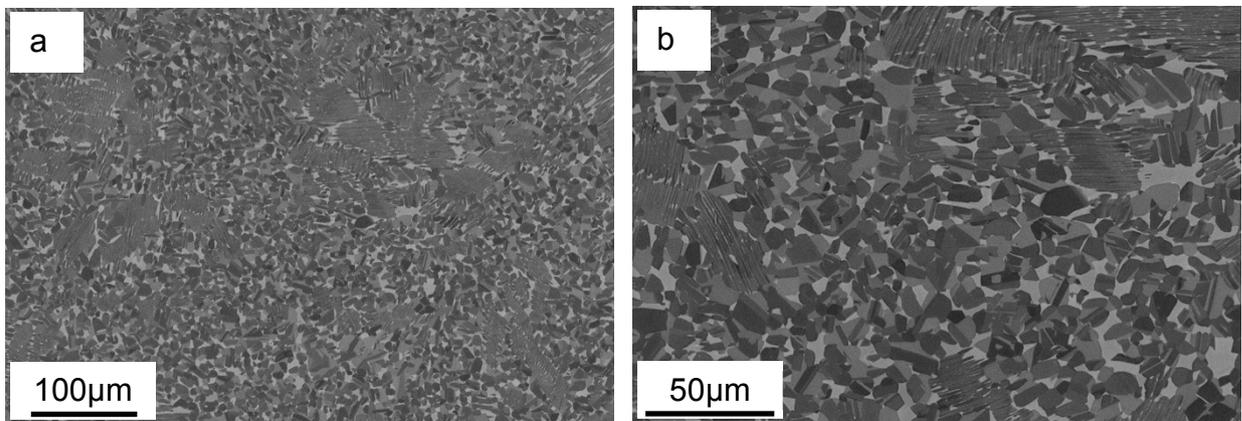


Abb. 4.2: REM-Aufnahmen des Sägeabschnitts aus geHIPtem PCC-Gussmaterial bei zwei unterschiedlichen Vergrößerungen. Position („2“).

An den in Abb. 4.2 dargestellten REM-Aufnahmen wurde mittels quantitativer Metallografie der β_0 -Anteil ausgewertet. Tab. 4.7 zeigt den Mittelwert des β_0 -Anteils und die Standardabweichung über die vier Positionen des Sägeabschnitts.

Tab. 4.7: Phasenanteil der β_0 -Phase (in vol.%) mit Standardabweichung, ermittelt an der REM-Aufnahme vom Sägeabschnitt aus geHIPtem PCC-Gussmaterial.

| Probenname | β_0 | Standardabweichung |
|-------------------|-----------|--------------------|
| PCC 261111_SA_hip | 10,1 | 1,66 |

Auch an diesem Sägeabschnitt wurde eine XRD-Messung mit anschließender Rietveld-Analyse durchgeführt, deren Ergebnis in Tab. 4.8 dargestellt ist.

Tab. 4.8: Ergebnis der Rietveld-Analyse vom Sägeabschnitt aus geHIPtem PCC-Gussmaterial (in vol.%).

| Probenname | α_2 | β_0 | γ |
|-------------------|------------|-----------|----------|
| PCC 261111_SA_hip | 22,2 | 8,0 | 69,8 |

Der β_0 -Phasenanteil bei beiden Verfahren stimmt sehr gut überein, mit einer Abweichung von 2,1%. Der Unterschied zum GfE-Material hinsichtlich der Phasenanalyse ist der, dass beim PCC-Material der α_2 -Anteil um ca. 9% höher und der β_0 -Anteil um ca. 8% niedriger ist. Das ist darauf zurückzuführen, dass die β_0 -stabilisierenden Elemente Nb und Mo beim PCC-Gussmaterial an der unteren Grenze der Spezifikation angesiedelt sind. Es sind ca. 0,25 at.% weniger Nb und 0,15 at. % weniger Mo enthalten. Des Weiteren ist im PCC-Gussmaterial (Abb. 4.2) ein inhomogeneres Gefüge als im GfE-Gussmaterial (Abb. 4.1) erkennbar. Das ist auf die inhomogene β_0 -Phasenverteilung zurückzuführen, was wiederum auf eine inhomogene Verteilung der Legierungselemente Mo und Nb schließen lässt, da diese die β_0 -Phase stabilisieren.

Die gemittelten Härtewerte des Sägeabschnitts mit Standardabweichung sind in Tab. 4.9 aufgelistet.

Tab. 4.9: Härtemessergebnis mit Standardabweichung vom Sägeabschnitt aus geHIPtem PCC-Gussmaterial nach HV 10.

| Probenname | Härte | Standardabweichung |
|-------------------|-------|--------------------|
| PCC 261111_SA_hip | 356 | 4,5 |

4.1.3 Sonderfall: Nicht geHIPtes Ausgangsmaterial

Von PCC wurde auch ein ungeHIPter Sägeabschnitt untersucht, PCC_261111_SA_nonHIP. Die REM-Aufnahmen sind in Abb. 4.3 dargestellt.

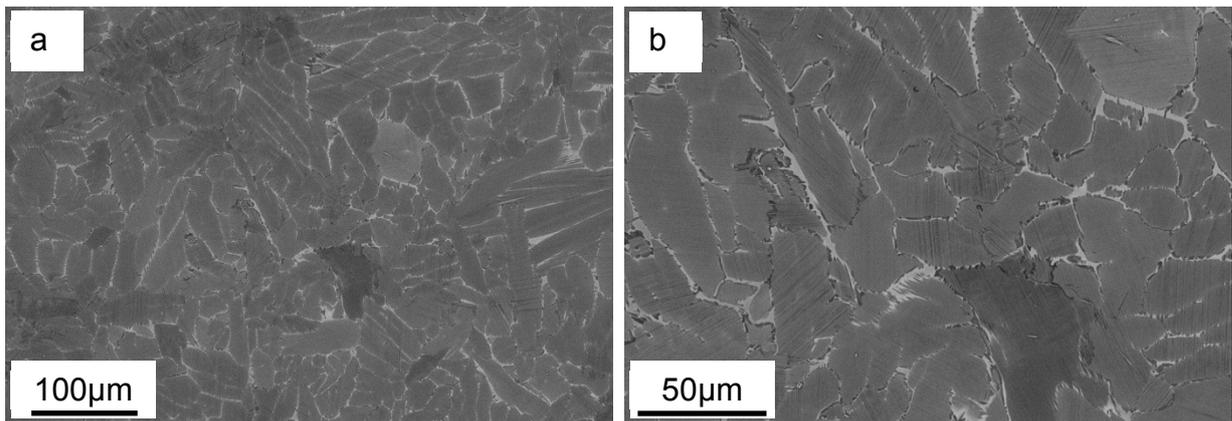


Abb. 4.3: REM-Aufnahmen des Sägeabschnitts aus ungeHIPtem PCC-Gussmaterial bei zwei unterschiedlichen Vergrößerungen.

In Tab. 4.10 und 4.11 sind die Ergebnisse der quantitativen Metallografie und der Rietveld-Analyse aufgelistet.

Tab. 4.10: β_0 -Phasenanteilsauswertung mit Standardabweichung an der REM-Aufnahme vom Sägeabschnitt aus ungeHIPtem PCC-Gussmaterial (in vol.%).

| Probenname | β_0 | Standardabweichung |
|----------------------|-----------|--------------------|
| PCC 261111_SA_nonhip | 4,7 | 0,83 |

Tab. 4.11: Ergebnis der Rietveld-Analyse vom Sägeabschnitt aus ungeHIPtem PCC-Gussmaterial (in vol.%).

| Probenname | α_2 | β_0 | γ |
|----------------------|------------|-----------|----------|
| PCC 261111_SA_nonhip | 42,5 | 6,2 | 51,3 |

Die gemittelten Härtewerte des Sägeabschnitts mit Standardabweichung sind in Tab. 4.12 aufgelistet.

Tab. 4.12: Härtemessergebnis mit Standardabweichung vom Sägeabschnitt aus ungeHIPtem PCC-Gussmaterial nach HV 10.

| Probenname | Härte | Standardabweichung |
|----------------------|-------|--------------------|
| PCC 261111_SA_nonhip | 404 | 10,3 |

Diese erhöhten Härtewerte sind damit zu begründen, dass im ungeHIPten Zustand ein Gussgefüge mit sehr feinem Lamellenabstand vorliegt. Der Einfluss des

Lamellenabstands auf die mechanischen Eigenschaften ist ausführlich in [17] beschrieben.

4.2 Schmiedeprozess

4.2.1 Eigenschaftsoptimierte Schmiederoute

In Abb. 4.4 ist die eigenschaftsoptimierte Schmiederoute hinsichtlich des Prozessparameters der Temperatur dargestellt. Es beginnt mit dem Erschmelzen der TNMTM-Legierungszusammensetzung mittels VAR bei GfE bzw. mittels PAM bei PCC. Anschließend wird die Schmelze dem Schleudergussprozess zugeführt und nach dem Erstarren des zylinderförmigen Ingots an Luft abgekühlt (AC). Der nächste Prozessschritt ist das HIPen. Dazu wird der Vormaterialzylinder in einen Druckbehälter eingebaut. Dieser wird evakuiert und dann mit Argon bis zu einem Druck von 200MPa beaufschlagt. Der HIP-Prozess läuft bei einer Temperatur von 1200°C vier Stunden lang. Nachdem die Heizung der HIP-Anlage ausgeschaltet wird, beginnt der Vormaterialzylinder sehr langsam abzukühlen, noch langsamer als bei einer Ofenabkühlung. Durch diese langsame Abkühlgeschwindigkeit können die Diffusionsprozesse länger einwirken und dadurch die Phasenanteile nahe zum thermodynamischen Gleichgewicht bringen. Beispielsweise wird durch die längere Abkühldauer auch mehr γ ausgeschieden, der Gehalt steigt von 51,3 vol.% auf 69,8 vol.% bei dem Sägeabschnitt von PCC (Tab. 4.11 und 4.8). Diese 69,8 vol.% γ -Phasenanteil entsprechen ungefähr dem Gleichgewichtsphasenanteil bei RT. Dies ist in Abb. 4.4 im Phasenanteilsdiagramm ersichtlich (grüne Kurve). An dieser Stelle muss kritisch angemerkt werden, dass das Phasenanteilsdiagramm nur einen Trend angibt, da es für die nominelle Zusammensetzung berechnet wurde, die aber in der Realität nie exakt erreicht wird. Es fällt schon beim Vergleich der chemischen Zusammensetzung des Materials der beiden Hersteller GfE und PCC (Tab. 4.13) auf, dass die Anteile von Nb und Mo des GfE-Gussmaterials näher der oberen Grenze des spezifizierten Zusammensetzungsbereichs liegen. Die Anteile von Nb und Mo des PCC-Gussmaterials befinden sich jedoch näher der unteren Grenze des spezifizierten Zusammensetzungsbereichs. Diese Tatsache wirkt sich, da es sich bei Nb und Mo um β_0 -stabilisierende Elemente handelt, auch am doppelt so hohen β_0 -Phasenanteil im geHIPten Zustand des GfE-Materials aus (vgl. Abb. 4.4b und 4.4d). Als nächster Schritt, nach dem HIPen, folgt das Gesenkschmieden GS bei einer Temperatur von 1340°C mit vorgewärmten Gesenken. Nach dem Gesenkschmiedeprozess kühlen die Schmiedestücke in Gitterrosten (Abb. 4.5) kontrolliert an Luft ab. Das Gefüge weist nach dieser Luftabkühlung nahezu die gleiche

Phasenanteilszusammensetzung (Abb. 4.4c) wie nach der Erstarrung im Schleuderguss auf (Abb. 4.4a). Da das GfE-Gussmaterial ausschließlich im geHIPten Zustand vorlag, konnte in diesem Fall ein solcher Vergleich nicht gezogen werden.

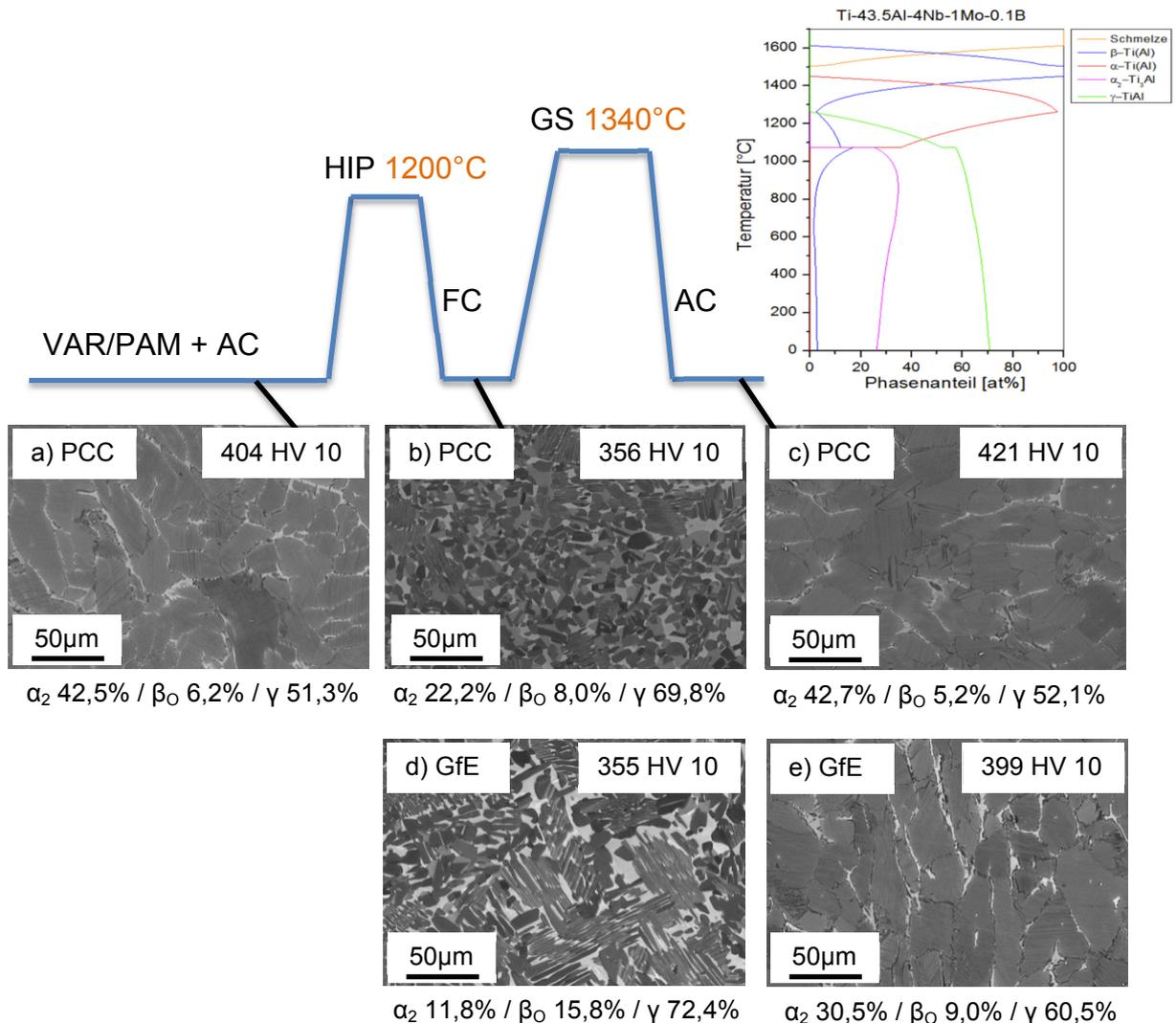


Abb. 4.4: Prozessskizze anhand des Temperaturverlaufs, dargestellt mit Phasenanteilsdiagramm [12]. Die REM-Aufnahmen beinhalten den gemittelten Härtewert in HV 10 sowie die Ergebnisse der Rietveld-Analyse in vol.%. Dabei werden verschiedene Fertigungsstufen mit unterschiedlichem Gussmaterial betrachtet: a) ungeHIPtes PCC-Gussmaterial, b) geHIPtes PCC-Gussmaterial, c) gesenkgeschmiedeter PCC-Rohling, d) geHIPtes GfE-Gussmaterial sowie e) ein gesenkgeschmiedeter GfE-Rohling.

Tab. 4.13: Chemische Analysen des PCC- und GfE-Gussmaterials in at.%.
 (Note: In the original image, the values for Nb and Mo in the PCC row are highlighted in orange.)

| Charge | Ti | Al | Nb | Mo | B | O | N | H | C |
|------------|-------|-------|------|------|------|------|-------|-------|------|
| PCC 261111 | 51,32 | 43,78 | 3,86 | 0,89 | 0,11 | 0,23 | 0,03 | 0,04 | 0,04 |
| GfE 121196 | 51,31 | 43,32 | 4,13 | 1,05 | 0,09 | 0,08 | 0,005 | 0,002 | 0,01 |

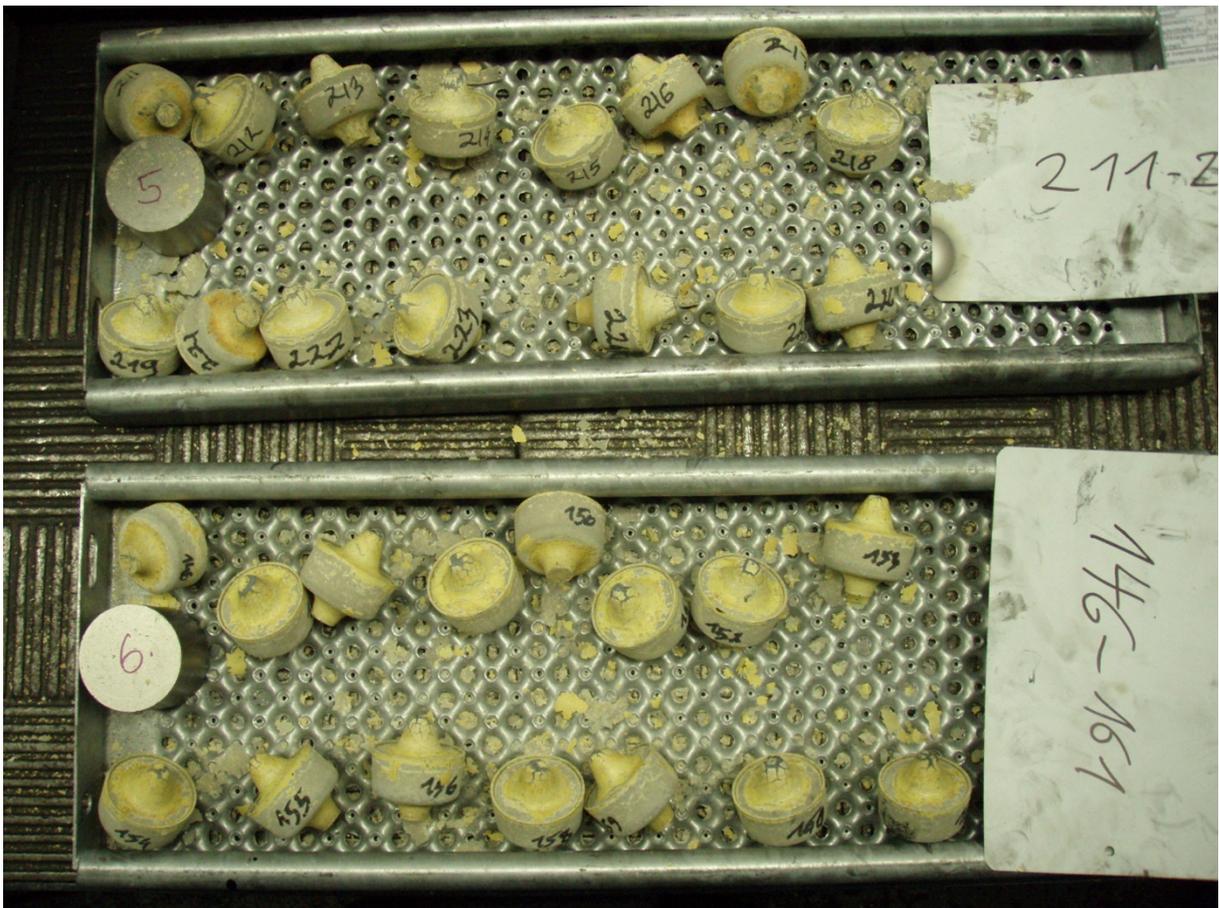


Abb. 4.5: Nach dem Gesenkschmiedeprozess kühlen die Schmiederohlinge auf Gitterrosten kontrolliert an Luft ab.

Der Härteunterschied von 22 HV 10 zwischen dem geschmiedeten PCC-Material (Abb. 4.4c) und dem geschmiedeten GfE-Material (Abb. 4.4e) wird durch mehrere Mechanismen beeinflusst. Im Schmiederohling aus PCC-Material befindet sich aufgrund des geringeren Anteils an β_0 -stabilisierenden Elementen zwar weniger harter β_0 -Anteil als im Schmiederohling aus GfE-Material. Beim Beurteilen der Zusammensetzung des PCC-Materials fällt auf, dass dieses aber einen um eine Größenordnung höheren Anteil an interstitiellen Verunreinigungen, an O,H,N und C, enthält, was sich deutlich auf die Härte auswirkt (Tab. 4.13). Das PCC-Material weist auch aufgrund des niedrigeren Nb- und Mo-Gehaltes (Abb. 2.4), im Gegensatz zum

GfE-Material (Abb. 2.11), ein α -Einphasengebiet auf. Der Vergleich der chemischen Zusammensetzung, von GfE und PCC, ist jedoch mit Vorsicht zu genießen, da die chemische Analyse bei den Herstellern selbst, also nicht im selben Haus, durchgeführt wurde.

Die Temperaturabnahme während des Schmiedeprozesses aufgrund des Wärmeeintrages durch den Umformprozess ist sehr gering. Die Temperatur sinkt erst schnell, wenn der Schmiederohling am Gitterrost (Abb. 4.5) liegt und bis auf RT abkühlt. Beim GfE-Material schied sich bei diesem Abkühlen nach bzw. im Schmiedeprozess mehr γ -Phase aus als beim PCC-Material. Der niedrigere γ -Phasenanteil in Form von feineren Lamellen und der höhere Anteil an interstitiellen Verunreinigungen beim PCC-Material dürfte zu der höheren RT-Härte führen.

Abb. 4.6 zeigt die REM-Aufnahmen der Positionen des angegebenen Bildnummernmusters. Anhand dieses Vergleichs der REM-Aufnahmen kann die Homogenität des Gefüges hinsichtlich der α_2/γ -Koloniegröße eindeutig festgestellt werden. In Abb. 4.7 kann die Homogenität des α_2/γ -Lamellenabstands anhand der REM-Aufnahmen, welche bei höherer Vergrößerung aufgenommen wurden, festgestellt werden. Man muss aber beachten, dass die Kolonien unterschiedlich „angeschnitten“ sein können, was dann rein geometrisch zu einer Verfälschung des realen Lamellenabstands führt. Der wirkliche Lamellenabstand kann nur durch aufwändige TEM-Untersuchungen ermittelt werden. Dieser Vergleich der REM-Aufnahmen an den unterschiedlichen Positionen ist beispielhaft für die Homogenität aller untersuchten Schmiederohlinge, weshalb bei der folgenden Diskussion nur mehr jeweils die REM-Aufnahme einer Position abgebildet ist.

4 Ergebnisse und Diskussion

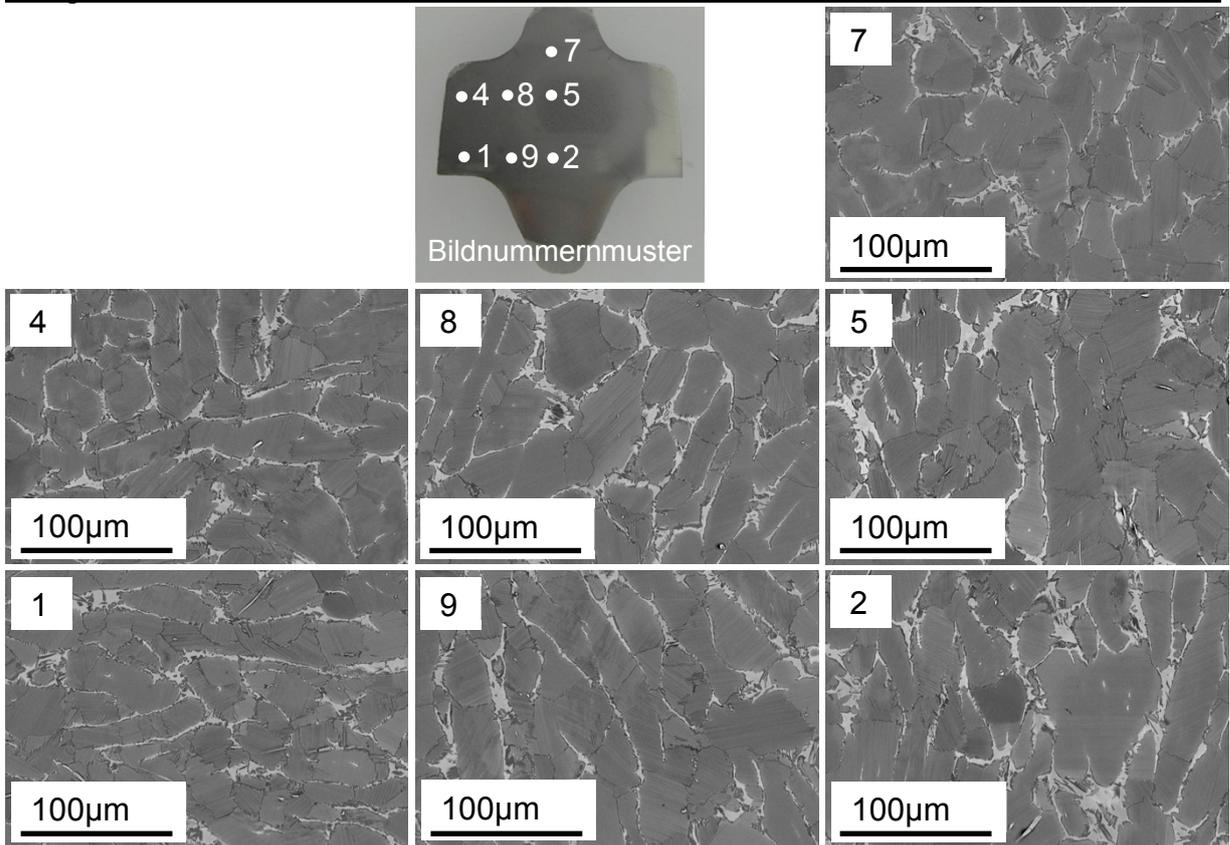


Abb. 4.6: REM-Aufnahmen der Positionen im Bildnummernmuster von GfE-Charge 121196. Durchwegs homogenes Gefüge hinsichtlich der α_2/γ -Koloniegröße.

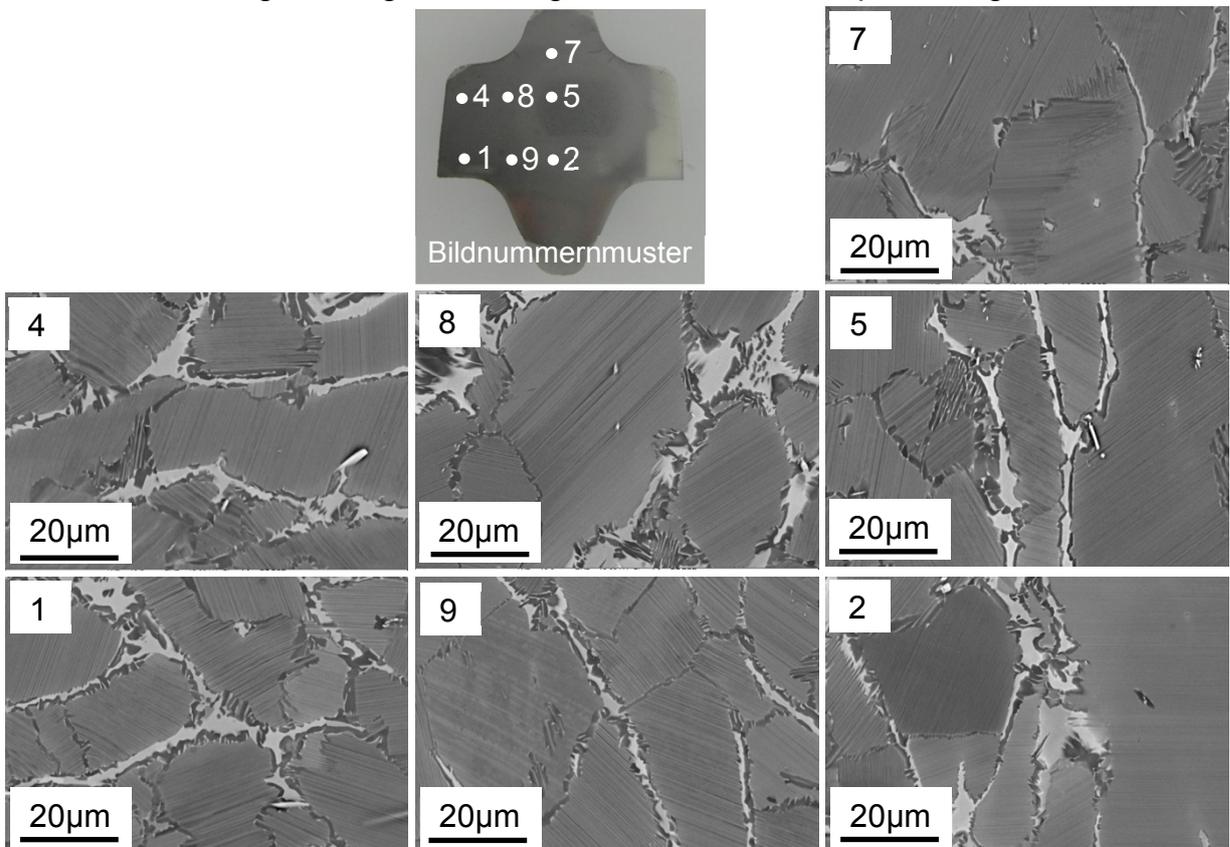


Abb. 4.7: REM-Aufnahmen der Positionen im Bildnummernmuster von GfE-Charge 121196. Durchwegs homogenes Gefüge hinsichtlich des α_2/γ -Lamellenabstands (siehe Anmerkung im Text).

4.2.2 „Stresstest“

Ziel des sogenannten „Stresstests“ war es den Schmiedeprozess bei großen Stückzahlen auf gleichbleibende Qualität der Schmiederohlinge zu überprüfen. Dazu wurde am Sägeabschnitt SA sowie an drei Schmiedestücken die Härte gemessen, REM-Aufnahmen angefertigt, der β_0 -Phasenanteil bestimmt sowie XRD Messungen mit anschließender Rietveld-Analyse durchgeführt. Die drei Schmiedestücke wurden aus der fortlaufend durchnummerierten Produktionsreihe stichprobenartig entnommen und haben die Nummern 11, 181 und 344. Abb. 4.8 zeigt exemplarisch eine REM-Aufnahme vom Sägeabschnitt SA sowie eine Aufnahme für jeden entnommenen Schmiederohling. Es wurde geHIPtes Gussmaterial von PCC verwendet. An diesen REM-Aufnahmen wurde mittels quantitativer Metallografie der β_0 -Anteil ausgewertet. Tab. 4.13 zeigt den Mittelwert des β_0 -Anteils und die Standardabweichung über die vier Positionen eines Sägeabschnitts sowie über die sieben Positionen des Schmiederohlings.

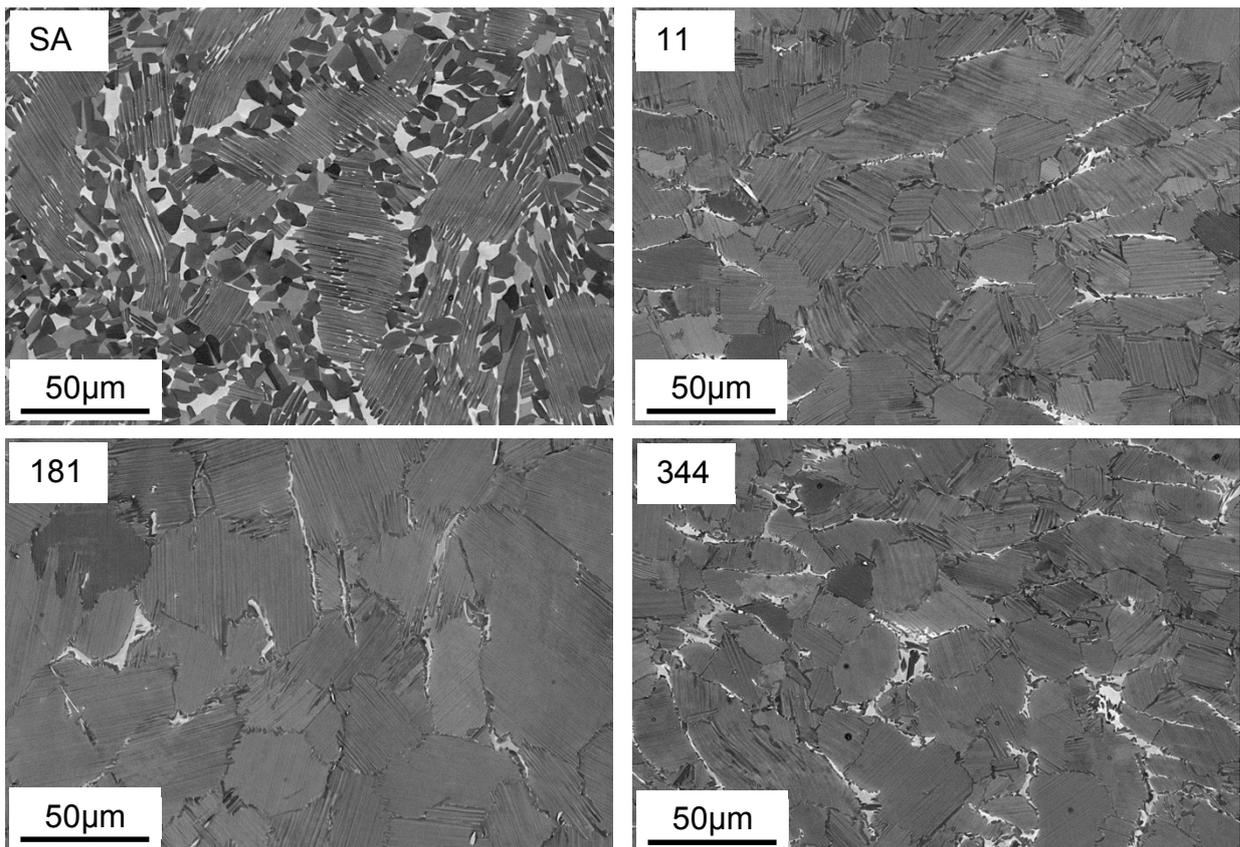


Abb. 4.8: REM-Aufnahmen eines Sägeabschnitts SA sowie der im „Stresstest“ hergestellten und danach stichprobenartig entnommenen Schmiederohlingen mit den Nummern 11, 181 und 344, gefertigt aus geHIPtem PCC-Gussmaterial.

Tab. 4.13: β_0 -Phasenanteilsauswertung an den REM-Aufnahmen eines Sägeabschnitts sowie von drei im „Stresstest“ geschmiedeten Teilen. GeHIPtes PCC-Gussmaterial. Messwerte und Standardabweichung in vol. %.

| Probenname | β_0 | Standardabweichung |
|----------------|-----------|--------------------|
| PCC 131211 SA | 8,2 | 1,74 |
| PCC 131211 11 | 1,6 | 0,46 |
| PCC 131211 181 | 1,2 | 0,48 |
| PCC 131211 344 | 2,8 | 0,77 |

Auch an diesen Proben wurden Röntgenbeugungsmessungen mit anschließender Rietveld-Analyse durchgeführt, deren Ergebnisse in Tab. 4.14 aufgelistet sind.

Tab. 4.14: Ergebnisse der Rietveld-Analyse des Sägeabschnitts sowie von drei im Stresstest geschmiedeten Teilen. GeHIPtes PCC-Gussmaterial. Messwerte in vol. %.

| Probenname | α_2 | β_0 | γ |
|----------------|------------|-----------|----------|
| PCC 131211 SA | 20,4 | 8,8 | 70,8 |
| PCC 131211 11 | 39,0 | 3,1 | 57,9 |
| PCC 131211 181 | 31,5 | 2,9 | 65,6 |
| PCC 131211 344 | 37,1 | 4,2 | 58,7 |

Es ist zu erkennen, dass der β_0 -Phasenanteil bei beiden Verfahren sehr gut übereinstimmt, mit einer maximalen Abweichung von 1,7%. Des Weiteren wurden am Sägeabschnitt sowie an den Schmiederohlingen HV 10 Härtemessungen durchgeführt. Die gemittelten Härtewerte mit Standardabweichung sind in Tab. 4.15 aufgelistet.

Tab. 4.15: Härtemessergebnisse des Sägeabschnitts sowie von drei im Stresstest geschmiedeten Teilen. GeHIPtes PCC-Gussmaterial. Messwerte und Standardabweichung in HV 10.

| Probenname | Härte | Standardabweichung |
|----------------|-------|--------------------|
| PCC 131211 SA | 347 | 10,2 |
| PCC 131211 11 | 406 | 7,5 |
| PCC 131211 181 | 398 | 11,4 |
| PCC 131211 344 | 404 | 6,1 |

Anhand dieser Untersuchungen kann man darauf schließen, dass es sich hier um einen beherrschten und stabilen Prozess handelt. Die drei Stichproben der Schmiederohlinge weisen nur einen geringen Unterschied hinsichtlich Härte (8 HV 10), Phasenanteile (7,7%) und dem Gefüge auf.

4.2.3 Sonderfall: Pressluftabkühlung

Im Folgenden werden einige Sonderfälle betrachtet, in denen die Prozessparameter von jenen des in Kap. 4.2.1 beschriebenen, eigenschaftsoptimierten Standardprozesses abweichen. Als erstes wird die Auswirkung unterschiedlicher Abkühlgeschwindigkeiten nach dem Schmiedeprozess auf das Endgefüge betrachtet. Abb. 4.9 zeigt REM-Aufnahmen nach kontrollierter Abkühlung an Luft (Abb. 4.9a) und Pressluftabkühlung (Abb. 4.9b). Es wurde in diesem Fall geHIPtes Gussmaterial von GfE verwendet.

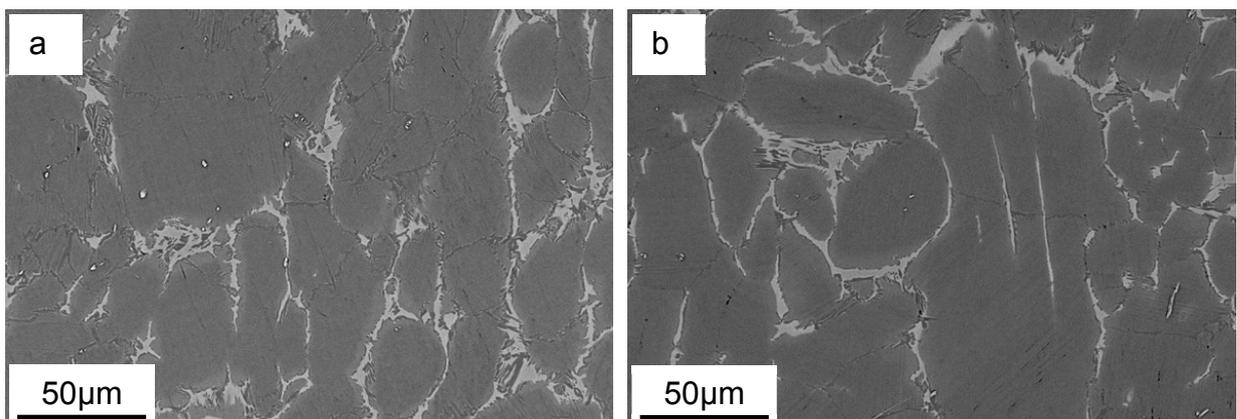


Abb. 4.9: REM-Aufnahmen von Schmiederohlingen, gefertigt aus geHIPtem GfE-Gussmaterial. Nach a) Luftabkühlung und b) Pressluftabkühlung.

Tab. 4.16 zeigt die Ergebnisse der quantitativen Metallografie, Tab. 4.17 die Ergebnisse der Rietveld-Analyse und Tab. 4.18 die Ergebnisse aus Härtemessungen.

Tab. 4.16: β_0 -Phasenanteilsauswertung an den REM-Aufnahmen von Schmiederohlingen, gefertigt aus geHIPTem GfE-Gussmaterial, nach unterschiedlicher Abkühl-dauer. Messwerte und Standardabweichung in vol.%.

| Probenname | β_0 | Standardabweichung |
|--------------------|-----------|--------------------|
| Luftabkühlung | 6,7 | 1,13 |
| Pressluftabkühlung | 7,3 | 1,27 |

Tab. 4.17: Ergebnisse der Rietveld-Analyse von Schmiederohlingen, gefertigt aus geHIPTem GfE-Gussmaterial, nach unterschiedlicher Abkühl-dauer in vol.%.

| Probenname | α_2 | β_0 | γ |
|--------------------|------------|-----------|----------|
| Luftabkühlung | 29,5 | 7,9 | 62,6 |
| Pressluftabkühlung | 31,6 | 7,8 | 60,6 |

Tab. 4.18: Härtemessergebnisse von Schmiederohlingen, gefertigt aus geHIPTem GfE-Gussmaterial, nach unterschiedlicher Abkühl-dauer. Messwerte und Standard-abweichung in HV 10.

| Probenname | Härte | Standardabweichung |
|--------------------|-------|--------------------|
| Luftabkühlung | 406 | 11,0 |
| Pressluftabkühlung | 409 | 10,7 |

Aus Tabellen 4.16 bis 4.18 ist zu erkennen, dass sich die Messergebnisse erwartungsgemäß verhalten. Mit zunehmender Abkühlgeschwindigkeit sinkt tendenziell der ausgeschiedene γ -Anteil, der β_0 -Anteil bleibt quasi konstant und die Härte steigt aufgrund kleinerer Lamellenabstände. Die Differenz ist jedoch nur minimal und liegt im Bereich der Messunsicherheit. Es kann also davon ausgegangen werden, dass es für den Schmiederohling unerheblich ist, ob er an unbewegter Luft oder an bewegter Luft abgekühlt wird.

4.2.4 Sonderfall: Unterbrochenes Schmieden

Durch einen Fehler beim Schmiedeaggregat konnte ein Schmiedeteil nach Erwärmung auf 1340°C und nach einer Haltezeit von 30min nicht umgeformt werden und kühlte an Luft ab. Nach Reparatur der Anlage erfolgte ein Wiederaufheizen auf 1340°C (Haltezeit: 30min) mit anschließendem Schmieden. Abb. 4.10 zeigt den Vergleich der REM-Aufnahmen nach dem normalen Schmiedevorgang und nach dem unterbrochenen Schmiedevorgang. Es ist qualitativ kein Unterschied zu erkennen. Auch beim Vergleich der Aufnahmen bei höherer Vergrößerung (Abb. 4.10c und d) kann man erkennen, dass die Lamellenabstände in etwa gleich groß sind.

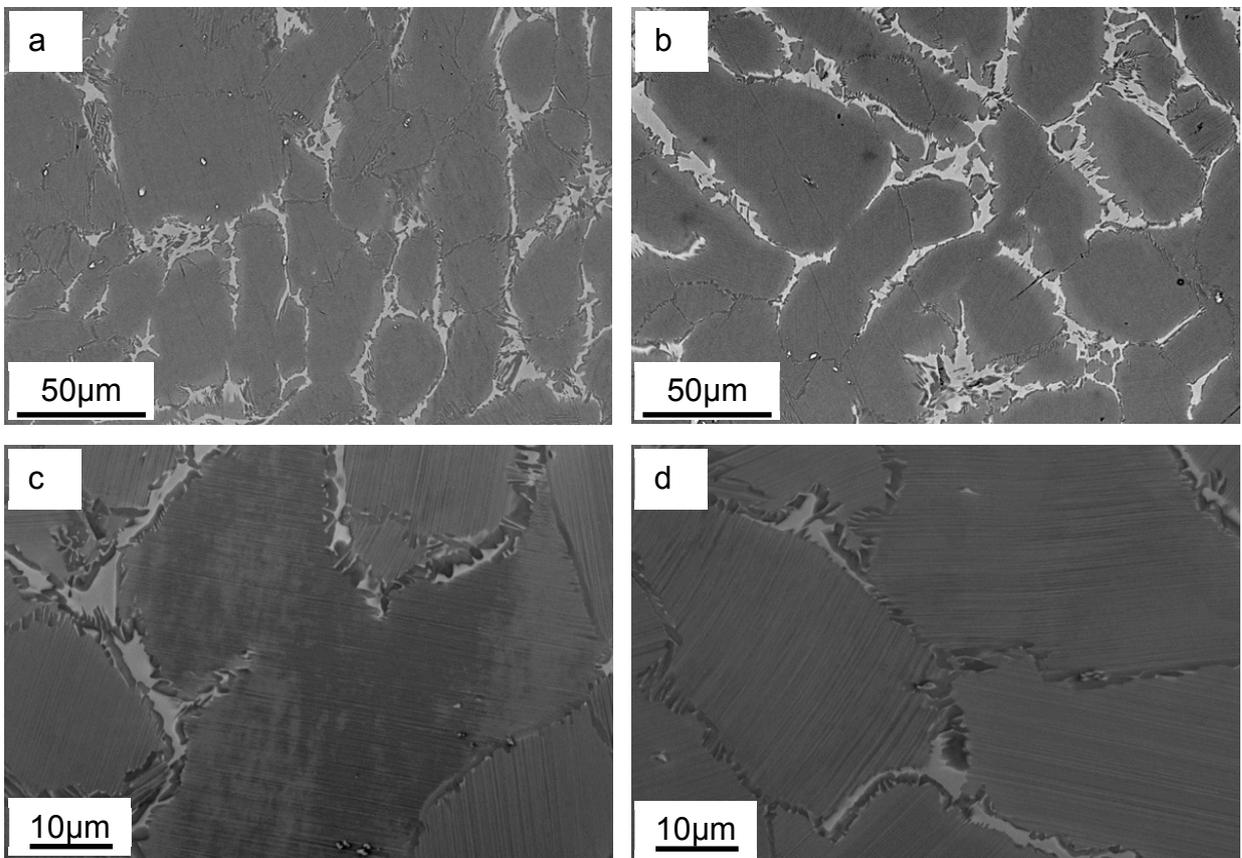


Abb. 4.10: REM-Aufnahmen am Schmiederohling: a) und c) nach einem normalen Schmiedevorgang; b) und d) nach einem unterbrochenen Schmiedevorgang. Gefertigt aus geHIPTem GfE-Gussmaterial.

In den Tab. 4.19 bis 4.21 sind die Ergebnisse der quantitativen Metallografie, der Rietveld-Analyse und der Härtemessungen aufgelistet.

Tab. 4.19: β_0 -Phasenanteilsauswertung von REM-Aufnahmen der Schmiederohlinge, gefertigt aus geHIPTem GfE-Gussmaterial, nach einem normalen Schmiedevorgang und nach einem unterbrochenen Schmiedevorgang. Messwerte und Standardabweichung in vol.%.

| Probenname | β_0 | Standardabweichung |
|--------------|-----------|--------------------|
| normal | 6,7 | 1,13 |
| unterbrochen | 8,1 | 2,07 |

Tab. 4.20: Ergebnisse der Rietveld-Analyse der Schmiederohlinge, gefertigt aus geHIPTem GfE-Gussmaterial, nach einem normalen Schmiedevorgang und nach unterbrochenem Schmiedevorgang in vol.%.

| Probenname | α_2 | β_0 | γ |
|--------------|------------|-----------|----------|
| normal | 29,5 | 7,9 | 62,6 |
| unterbrochen | 32,3 | 6,7 | 61,0 |

Tab. 4.21: Härtemessergebnisse von Schmiederohlingen, gefertigt aus geHIPTem GfE-Gussmaterial, nach einem normalen Schmiedevorgang und nach unterbrochenem Schmiedevorgang. Messwerte und Standardabweichung in HV 10.

| Probenname | Härte | Standardabweichung |
|--------------|-------|--------------------|
| normal | 406 | 11,0 |
| unterbrochen | 400 | 8,5 |

Nach dem unterbrochenen Schmiedevorgang ist das gleiche Ergebnis wie nach dem normalen Schmiedevorgang, da ja am prinzipiellen Prozessablauf nichts geändert wurde, zu erwarten. Tatsächlich ist die Differenz nur minimal und liegt im Bereich der Messunsicherheit. Es kann also davon ausgegangen werden, dass es für den Schmiederohling unerheblich ist, ob er sofort geschmiedet wird oder nach unterbrochenem Aufheizvorgang.

4.2.5 Sonderfall: Lange Ofenhaltdauer

Des Weiteren wurde der Fall einer längeren Ofenhaltdauer untersucht. Das ist deswegen interessant, weil gleichzeitig viele Sägeabschnitte in den Ofen zum Aufheizen auf Schmiedetemperatur gegeben werden, aber diese nur nacheinander geschmiedet werden können. Die Aufwärmdauer beträgt 20min und die Haltedauer 30min, dann wird der erste Sägeabschnitt geschmiedet (Abb. 4.11a). Nach einer gesamten Haltedauer von 50min wird der letzte Sägeabschnitt geschmiedet (Abb. 4.11b). Die Differenz vom erstgeschmiedeten zum letztgeschmiedeten Rohling betrug also 20min.

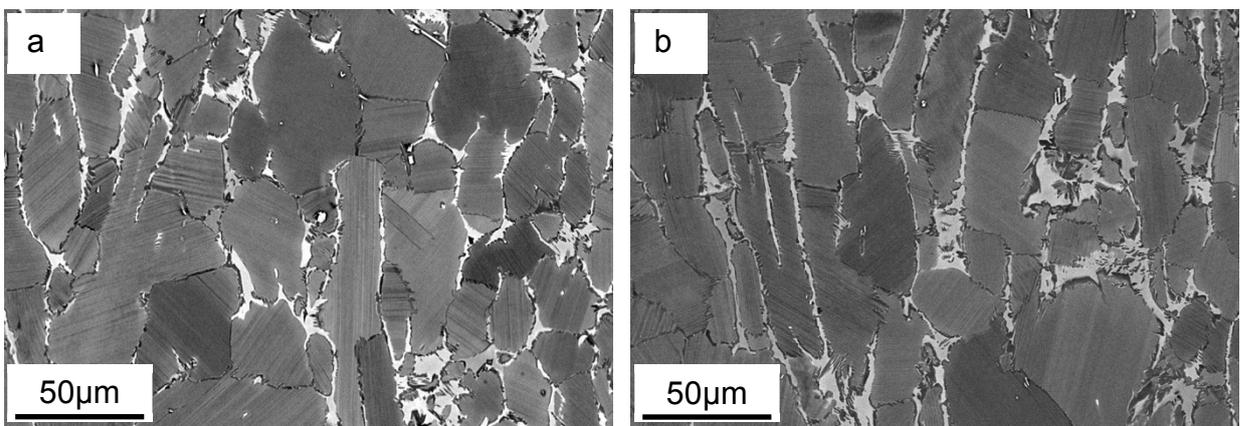


Abb. 4.11: REM-Aufnahmen von Schmiederohlingen, gefertigt aus geHIPtem GfE-Vormaterial: a) nach 30min Ofenhaltdauer; b) nach 50min Ofenhaltdauer bei 1340°C.

In den Tab. 4.22 bis 4.24 sind die Ergebnisse der quantitativen Metallografie, der Rietveld-Analyse und der Härtemessungen aufgelistet.

Tab. 4.22: β_0 -Phasenanteilsauswertung an den REM-Aufnahmen der Schmiederohlinge, gefertigt aus geHIPtem GfE-Gussmaterial, nach 30min Ofenhaltdauer (A) und nach 50min Ofenhaltdauer (E) bei 1340°C. Messwerte und Standardabweichung in vol.%.

| Probenname | β_0 | Standardabweichung |
|--------------|-----------|--------------------|
| GfE 121372 A | 8,3 | 1,81 |
| GfE 121372 E | 8,1 | 1,98 |

Tab. 4.23: Ergebnisse der Rietveld-Analyse (in vol.%) an den Schmiederohlingen, gefertigt aus geHIPtem GfE-Gussmaterial, nach 30min Ofenhaltdauer (A) und nach 50min Ofenhaltdauer (E) bei 1340°C.

| Probenname | α_2 | β_0 | γ |
|--------------|------------|-----------|----------|
| GfE 121372 A | 31,7 | 7,9 | 60,4 |
| GfE 121372 E | 33,0 | 8,6 | 58,4 |

Tab. 4.24: Härtemessergebnisse von Schmiederohlingen, gefertigt aus geHIPtem GfE-Gussmaterial, nach 30min Ofenhaltdauer (A) und nach 50min Ofenhaltdauer (E) bei 1340°C. Messwerte und Standardabweichung in HV 10.

| Probenname | Härte | Standardabweichung |
|--------------|-------|--------------------|
| GfE 121372 A | 412 | 9,3 |
| GfE 121372 E | 399 | 10,7 |

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass für eine längere Ofenhaltdauer das gleiche Ergebnis als für eine kürzere Ofenhaltdauer zu erwarten ist. Tatsächlich ist die Differenz in der Phasenanteilszusammensetzung nur minimal und liegt im Bereich der Messunsicherheit. Die Härtemessergebnisse weisen zwar eine, den Rahmen der Messunsicherheit überschreitende, Abweichung von 13 HV 10 auf. Da sich aber an den, die Härte bzw. den Lamellenabstand bestimmenden, Abkühlbedingungen nichts geändert hat, ist hierbei eher von einem Ausreißer auszugehen. Es kann also davon ausgegangen werden, dass es für den Schmiederohling unerheblich ist, ob die Ofenhaltdauer nun 30min oder 50min beträgt.

4.2.6 Sonderfall: Niedrige Schmiedetemperatur im ($\alpha+\beta+\gamma$)-Dreiphasengebiet

Der vierte und letzte untersuchte Sonderfall ist das Schmieden bei einer zu niedrigen Schmiedetemperatur von 1240°C, also im ($\alpha+\beta+\gamma$)-Dreiphasengebiet unterhalb $T_{\gamma,\text{solv}}$. Das unter diesen Bedingungen entstandene Gefüge gleicht einem verformten HIP-Gefüge (siehe Abb. 4.12a), was nicht weiter verwunderlich ist, da der HIP-Prozess bei einer ähnlichen Temperatur, nämlich bei 1200°C, stattfindet. Abb. 4.12b zeigt zum Vergleich das Gefüge nach dem Schmiedeprozess bei einer Temperatur von 1340°C.

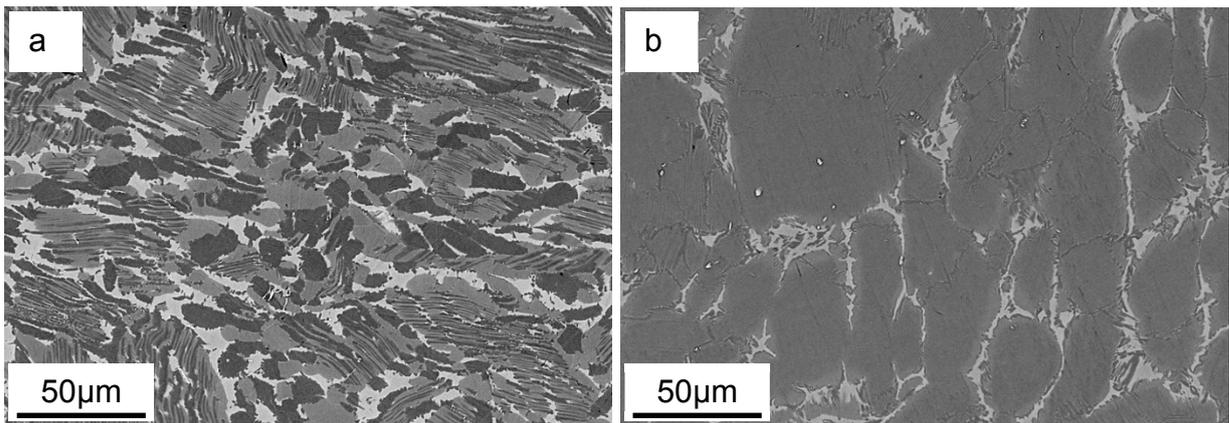


Abb. 4.12: REM-Aufnahmen von Schmiederohlingen, gefertigt aus geHIPtem GfE-Gussmaterial, nach dem Schmieden bei a) 1240°C und b) bei 1340°C.

In den Tab. 4.25 bis 4.27 sind die Ergebnisse der quantitativen Metallografie, der Rietveld-Analyse und der Härtemessungen aufgelistet.

Tab. 4.25: β_0 -Phasenanteilsauswertung an den REM-Aufnahmen von Schmiederohlingen, gefertigt aus geHIPtem GfE-Gussmaterial, nach dem Schmieden bei 1340°C und bei 1240°C. Messwerte und Standardabweichung in vol.%.

| Probenname | β_0 | Standardabweichung |
|------------|-----------|--------------------|
| 1340°C | 6,7 | 1,13 |
| 1240°C | 15,0 | 2,22 |

Tab. 4.26: Ergebnisse der Rietveld-Analyse (in vol.%) an Schmiederohlingen, gefertigt aus geHIPtem GfE-Gussmaterial, nach dem Schmieden bei 1340°C und bei 1240°C.

| Probenname | α_2 | β_0 | γ |
|------------|------------|-----------|----------|
| 1340°C | 29,5 | 7,9 | 62,6 |
| 1240°C | 29,8 | 12,8 | 57,4 |

Aus Tab. 4.25 und Tab. 4.26 ist zu erkennen, dass der β_0 -Anteil bei niedriger Schmiedetemperatur höher ist. Diese Tatsache ist auf den ersten Blick ungewöhnlich, da es laut Phasenanteilsdiagramm (Abb. 2.5) umgekehrt sein müsste. Diese Diskrepanz lässt sich aber erklären, wenn man den Schmiedeprozess näher betrachtet. Bei diesem wird der auf 1340°C erhitzte Sägeabschnitt in das Gesenk eingelegt und anschließend umgeformt. Aufgrund der eingebrachten Umformenergie sinkt die Temperatur anfangs nur sehr langsam. Der β_0 -Anteil nimmt beim Abkühlen bis zu einer Temperatur von ca. 1260°C ab. Durch diese Gegebenheit und der langsamen Abkühlung können Diffusionsprozesse eine bestimmte Zeit lang wirken und so den β_0 -Anteil reduzieren, bevor die schnellere Luftabkühlung beginnt. Bei einer Schmiedetemperatur von 1240°C verhält es sich nun umgekehrt. Beim Abkühlen von 1240°C steigt der β_0 -Anteil im Phasenanteilsdiagramm (Abb. 2.5). Die nun durch die anfangs langsame Abkühlung wirkenden Diffusionsprozesse steigern so den β_0 -Anteil.

Der Härteabfall (Tab. 4.27) gegenüber einer Schmiedung bei 1340°C kann durch den höheren Anteil an globularen γ und den breiteren Lamellenabständen in den Kolonien erklärt werden.

Tab. 4.27: Härtemessergebnisse von Schmiederohlingen, gefertigt aus geHIPtem GfE-Gussmaterial, nach dem Schmieden bei 1340°C und bei 1240°C. Messwerte und Standardabweichung in HV 10.

| Probenname | Härte | Standardabweichung |
|------------|-------|--------------------|
| 1340°C | 406 | 11,0 |
| 1240°C | 374 | 7,9 |

4.2.7 „Eingefrorenes“ Schmiedegefüge

Um den Gefügestand bei Schmiedetemperatur „Einzufrieren“ und bei Raumtemperatur sichtbar zu machen, wurde ein dünner Abschnitt des Schmiederohlings bei der Schmiedetemperatur von 1340°C 30min lang gegläht und anschließend in Wasser abgeschreckt (Abb. 4.13a). Abb. 4.13b zeigt das auf diese Weise entstandene Gefüge. Es ist anhand des Vergleichs der Rietveld-Analyse in Tab. 4.28 mit dem Phasenanteilsdiagramm in Abb. 2.4 zu erkennen, dass die Wasserabschreckung rasch genug war, um die bei 1340°C vorliegende Phasenanteilszusammensetzung einzufrieren.

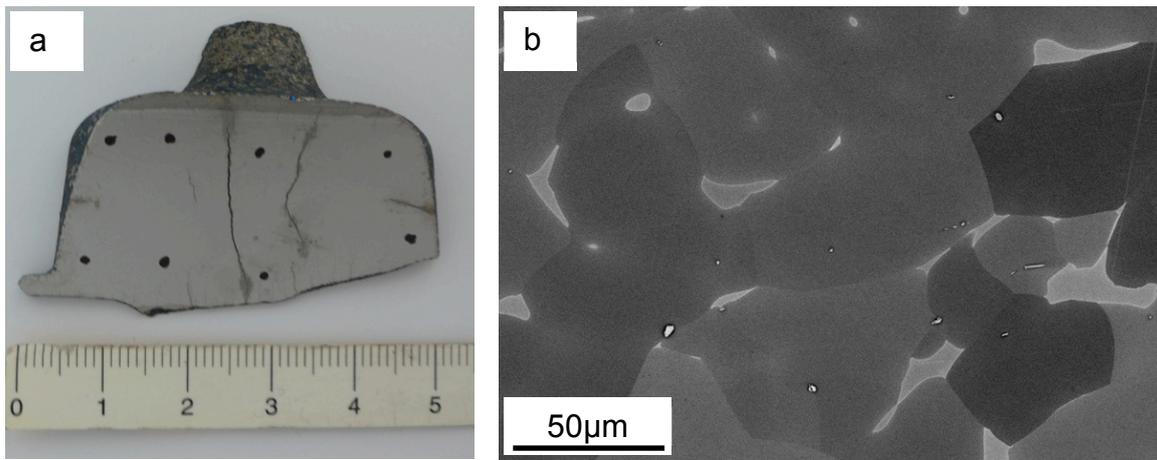


Abb. 4.13: Abschnitt eines a) zerteilten Schmiederohlings, gefertigt aus geHIPtem GfE-Gussmaterial, von welchem nach Wasserabschrecken von einer Temperatur von 1340°C eine b) REM-Aufnahme gemacht wurde.

Tab. 4.28: Ergebnisse der Rietveld-Analyse (in vol.%) eines nach dem Schmieden in Wasser abgeschreckten Teils eines Schmiederohlings.

| Probenname | α_2 | β_0 | γ |
|------------|------------|-----------|----------|
| V2_4 WBH | 84,1 | 15,9 | 0,0 |

4.3 Thermische Stabilität des Schmiedegefüges

Um die thermische Stabilität des durch eigenschaftsoptimierten Schmiedens erzeugten Gefüges zu untersuchen, wurden Proben von zwei Schmiederohlingen bei 900°C, 950°C und bei 1050°C für 6 Stunden geglüht und anschließend an Luft abgekühlt. Ziel dieses Versuchs war es festzustellen, ab welcher Temperatur eine signifikante Veränderung der Phasenanteile erfolgt. Abb. 4.14 zeigt REM-Aufnahmen des geschmiedeten Zustands und nach den unterschiedlichen Glühtemperaturen. Es ist zu erkennen, dass im geschmiedeten Zustand (Abb. 4.14a) ein „Nearly-Lamellar β “-Gefüge vorliegt. Bei einer Glüh Temperatur von 900°C über eine Dauer von sechs Stunden ist schon eine Gefügeveränderung zu beobachten. Der Lamellenabstand in den α_2/γ -Kolonien wird größer und der zuvor durchgängige β_0 -Saum an den Korngrenzen ist nach der Wärmebehandlung von γ -Ausscheidungen unterbrochen. Diese beiden Effekte nehmen nach sechsstündiger Wärmebehandlung bei 950°C bzw. bei 1050°C noch weiter zu. Bei 1050°C kann man deutlich das Auftreten von zellulärer Reaktion feststellen, die auch schon bei anderen Wärmebehandlungen beobachtet wurde [17].

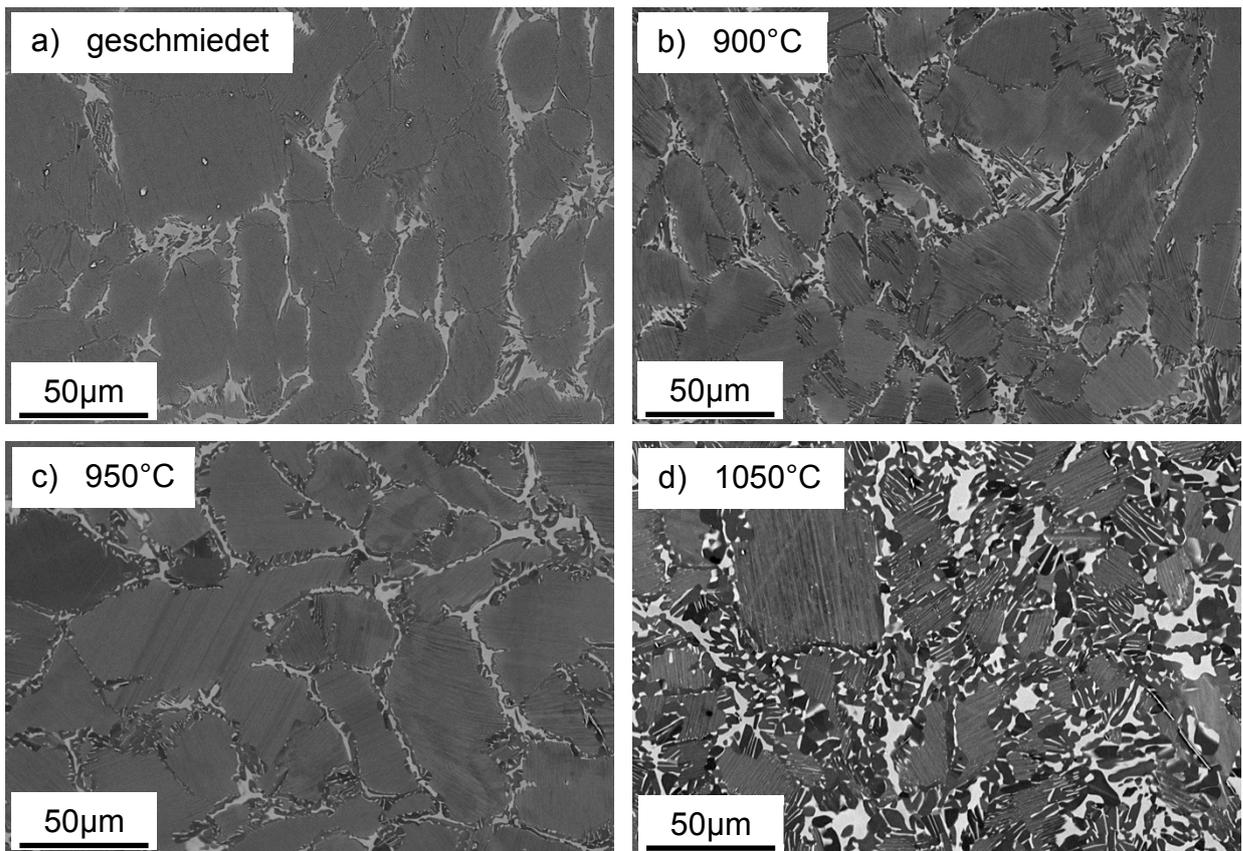


Abb. 4.14: REM-Aufnahmen eines a) geschmiedeten Gefüges; b) eines wärmebehandelten Gefüges bei 900°C / 6h / AC, c) 950°C / 6h / AC und d) 1050°C / 6h / AC. Zum Schmieden wurde geHIPtes GfE-Gussmaterial verwendet.

In den Tab. 4.29 bis 4.31 sind die Ergebnisse der quantitativen Metallografie, der Rietveld-Analyse und der Härtemessungen zusammengefasst.

Tab. 4.29: β_0 -Phasenanteilsauswertung an REM-Aufnahmen von Schmiederohlingen, welche gar nicht bzw. bei den angegebenen Temperaturen für 6 Stunden geglüht und anschließend an Luft kontrolliert abgekühlt wurden. Messwerte und Standardabweichung in vol.%.

| Probenname | β_0 | Standardabweichung |
|-------------|-----------|--------------------|
| geschmiedet | 6,7 | 1,13 |
| 900°C | 7,0 | 1,05 |
| 950°C | 7,6 | 0,87 |
| 1050°C | 15,8 | 1,44 |

Tab. 4.30: Ergebnisse der Rietveld-Analyse (in vol.%) von Schmiederohlingen, welche gar nicht bzw. bei den angegebenen Temperaturen für 6 Stunden wärmebehandelt und an Luft kontrolliert abgekühlt wurden.

| Probenname | α_2 | β_0 | γ |
|-------------|------------|-----------|----------|
| geschmiedet | 29,5 | 7,9 | 62,6 |
| 900°C | 18,8 | 7,5 | 73,7 |
| 950°C | 14,1 | 8,9 | 76,9 |
| 1050°C | 8,9 | 16,1 | 75,0 |

Tab. 4.31: Härtemessergebnisse von Schmiederohlingen, welche gar nicht bzw. bei den angegebenen Temperaturen für 6 Stunden geglüht und anschließend an Luft kontrolliert abgekühlt wurden. Messwerte und Standardabweichung in HV 10.

| Probenname | Härte | Standardabweichung |
|-------------|-------|--------------------|
| geschmiedet | 406 | 11,0 |
| 900°C | 402 | 14,0 |
| 950°C | 392 | 6,9 |
| 1050°C | 367 | 6,7 |

Der β_0 -Phasenanteil, der mit quantitativer Metallografie ermittelt wurde, stimmt wieder gut mit den Werten aus der Rietveld-Analyse überein (vgl. Tab. 4.29 und 4.30). Des Weiteren nimmt mit steigender Glüh­temperatur auch der β_0 -Phasenanteil zu, weil dieser bei den jeweiligen Temperaturen durch die rasche Luftabkühlung „eingefroren“ wurde und bei Raumtemperatur erhalten blieb (Abb. 2.5). Aus Tab. 4.31 ist zu erkennen, dass mit zunehmender Wärmebehandlungstemperatur, d.h. mit abnehmendem Gefügeanteil an α_2/γ -Kolonien und zunehmendem Lamellenabstand (Abb. 4.14) die Härte deutlich abnimmt.

4.4 Thermophysikalische Eigenschaften

Die Proben zur Messung der thermophysikalischen Eigenschaften wurden aus einem Schmiederohling von GfE (Charge 121047) mechanisch herausgearbeitet. Die Probenherstellung und die Durchführung der Messungen wurden als externer Auftrag an das Österreichische Gießerei Institut vergeben. Abb. 4.15 bis 4.17 zeigen den Verlauf von spezifischer Wärmekapazität c_p , Temperaturleitfähigkeit a und thermischen Ausdehnungskoeffizient α als Funktion der Temperatur. Aus diesen Messergebnissen und der Dichte ρ wurde die Wärmeleitfähigkeit λ wie folgt berechnet:

$$\lambda = a \cdot c_p \cdot \rho \quad (4.1)$$

Das Ergebnis ist in Abb. 4.18 dargestellt. Den Messwerten des ÖGI wurden Messwerte der TU Freiberg gegenübergestellt.

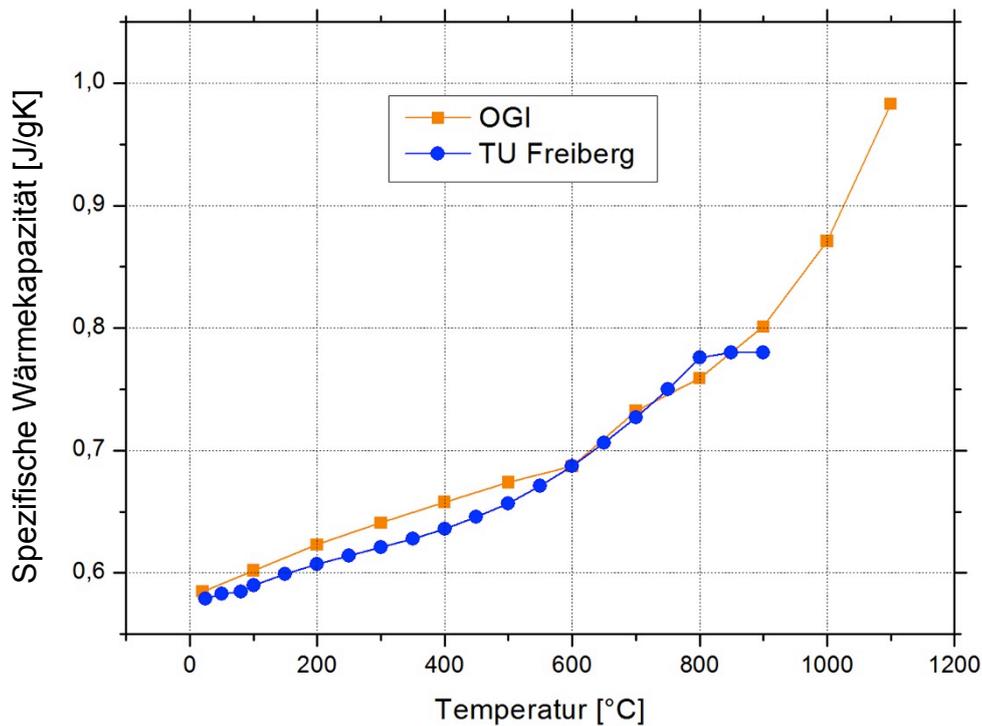


Abb. 4.15: Spezifische Wärmekapazität von TNMTM als Funktion der Temperatur.

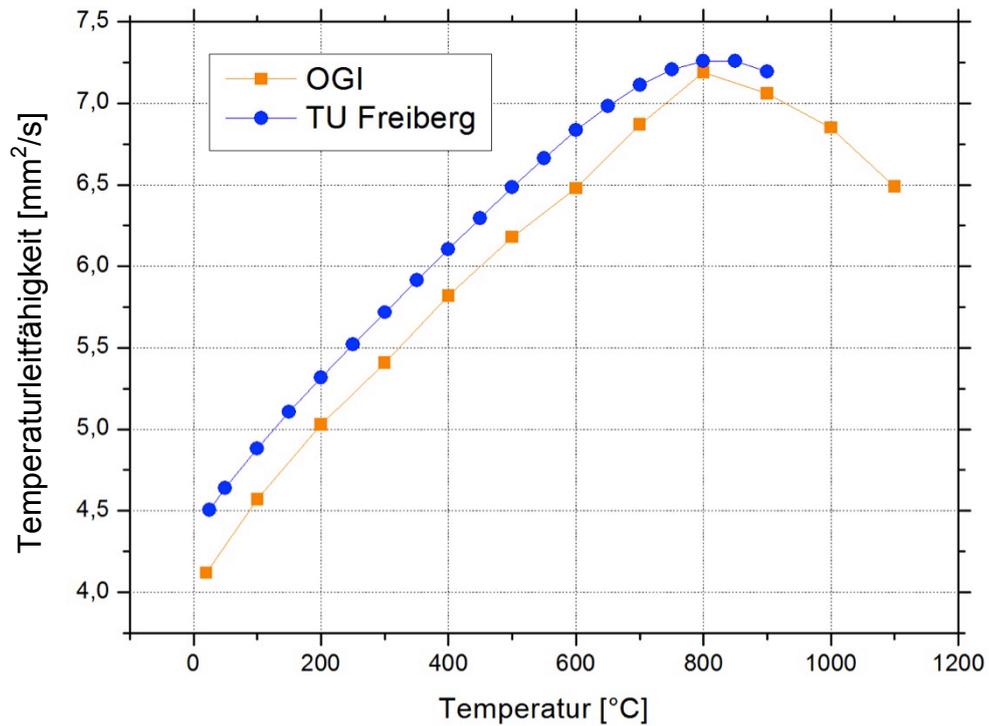


Abb. 4.16: Temperaturleitfähigkeit von TNMTM als Funktion der Temperatur.

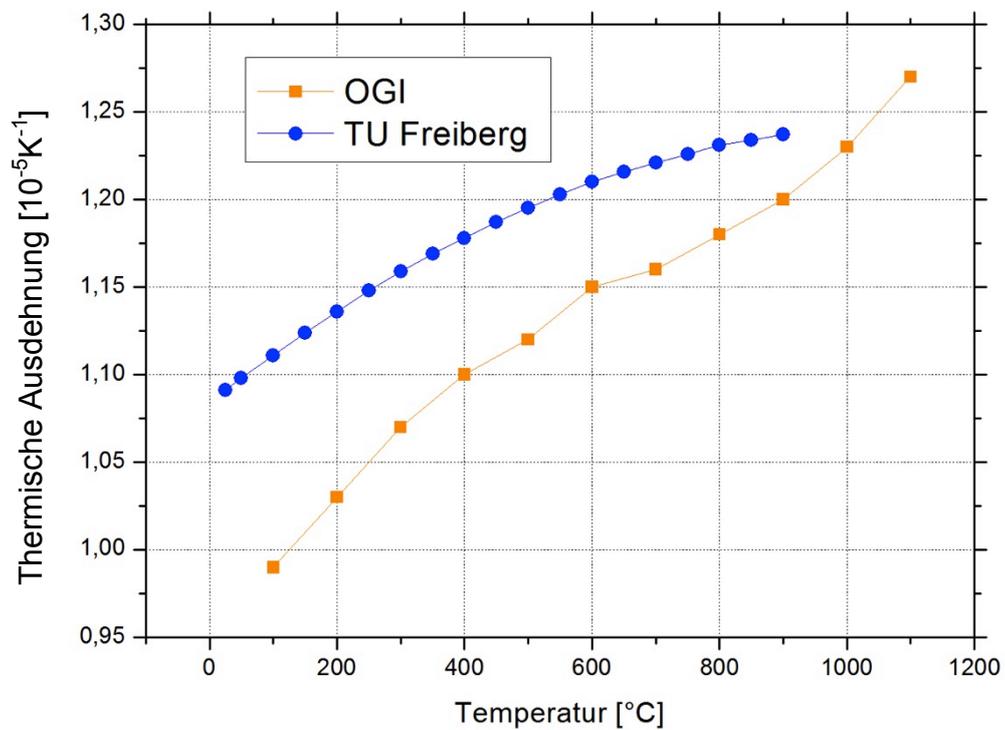


Abb. 4.17: Thermischer Ausdehnungskoeffizient von TNMTM als Funktion der Temperatur.

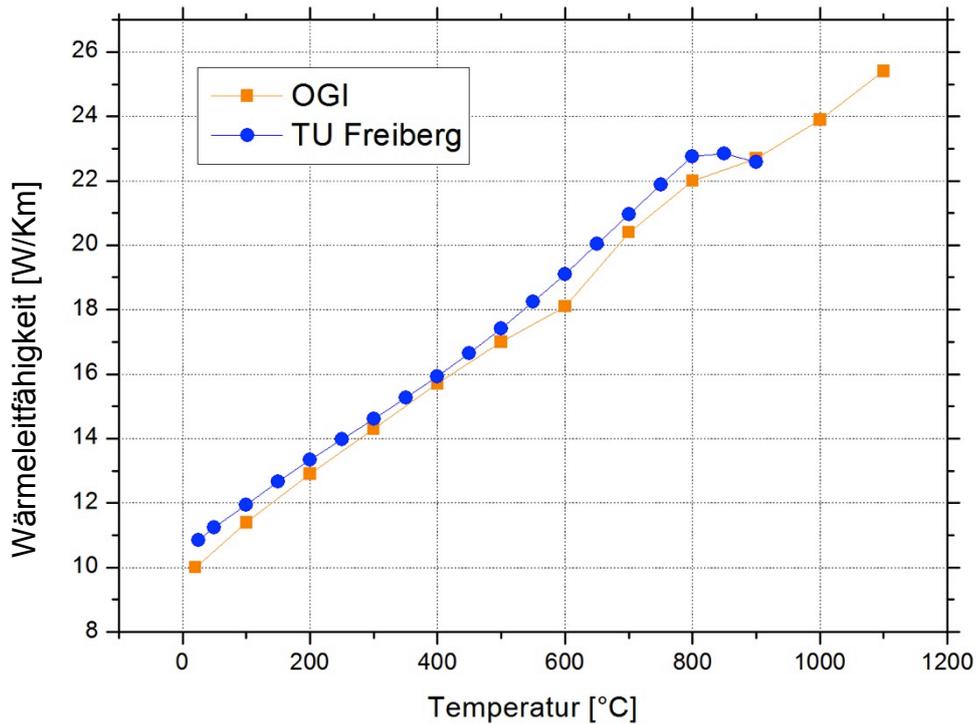


Abb. 4.18: Wärmeleitfähigkeit von TNMTM als Funktion der Temperatur.

Die Abweichungen der Messwerte von ÖGI und TU Freiberg könnten auf Unterschiede in der chemischen Zusammensetzung zurückzuführen sein. Die genaue chemische Zusammensetzung der an der TU Freiberg gemessenen Proben ist allerdings nicht bekannt.

4.5 Mechanische Eigenschaften

Um die mechanischen Eigenschaften der TNMTM-Legierung zu bestimmen, wurden Zug- bzw. Kriechversuche durchgeführt. Aufgrund der Annahme, dass während der Herstellung ein Unterschied hinsichtlich der Abkühlgeschwindigkeit im Rand- und im Mittenbereich des Turbinenlaufrads besteht, wurden zwei verschiedene Formen, eine geschmiedete Platte (Pancake, Abb. 4.19) und ein gestauchter Zylinder (Fass, Abb. 4.20), verwendet aus denen dann Zug- und Kriechproben gefertigt wurden. Die Berechnung der Umformgrade anhand der Ausgangs- und Endabmessung ist in Tab. 4.32 angeführt. Der Umformgrad wurde mittels Gl. 4.2 aus einer charakteristischen Anfangslänge l_0 und Endlänge l abgeschätzt:

$$\varphi = \ln\left(\frac{l}{l_0}\right) \quad (4.2)$$

Tab. 4.32: Charakteristische Ausgangs- und Endabmessung von Pancake und Fass, aus welcher der Umformgrad φ nach Gl. 4.2 berechnet wurde.

| | Ausgangsabmessung des Zylinders: Durchmesser (d) / Höhe (h) [mm] | Endabmessung: Dicke (d) x Höhe (h) [mm] | Umformgrad φ |
|---------|-----------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------|----------------------|
| Pancake | 55 (d) | 14 (d) | -1,4 |
| Fass | 134,4 (h) | 105 (h) | -0,25 |

Der Pancake soll aufgrund seines schmalen Querschnitts und der sich daraus ergebenden schnelleren Abkühlgeschwindigkeit das Gefüge des Turbinenlaufrads im Randbereich wiedergeben. Aufgrund des dickeren Querschnitts weist das Fass eine niedrigere Abkühlgeschwindigkeit auf. Das Fass soll daher das Gefüge im Mittenbereich des Turbinenlaufrads darstellen. Des Weiteren zeigen Abb. 4.19 und 4.20 jene Bereiche aus denen das Probenmaterial für die Zugversuche ZV und für die Kriechversuche KR mittels Funkenerosion herausgearbeitet wurde. Anschließend wurden daraus durch Drehen Zug- bzw. Kriechproben gefertigt. Die Fertigungszeichnungen sind im Anhang B und C wiedergegeben.

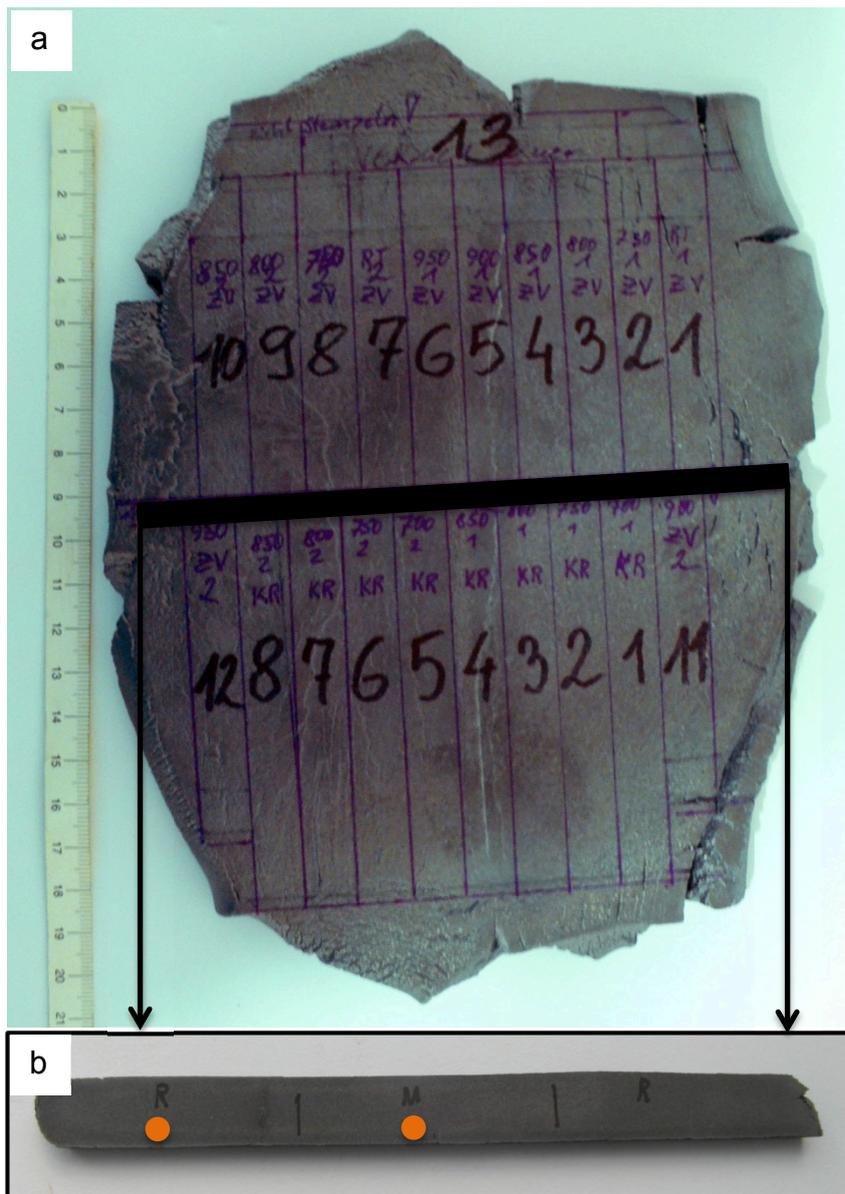


Abb. 4.19: Geschmiedeter Pancake mit der Abmessung 210 x 150 x 14,3mm³: a) Kennzeichnung der Entnahmestellen für Zug- und Kriechproben; b) Querschnittsstreifen.

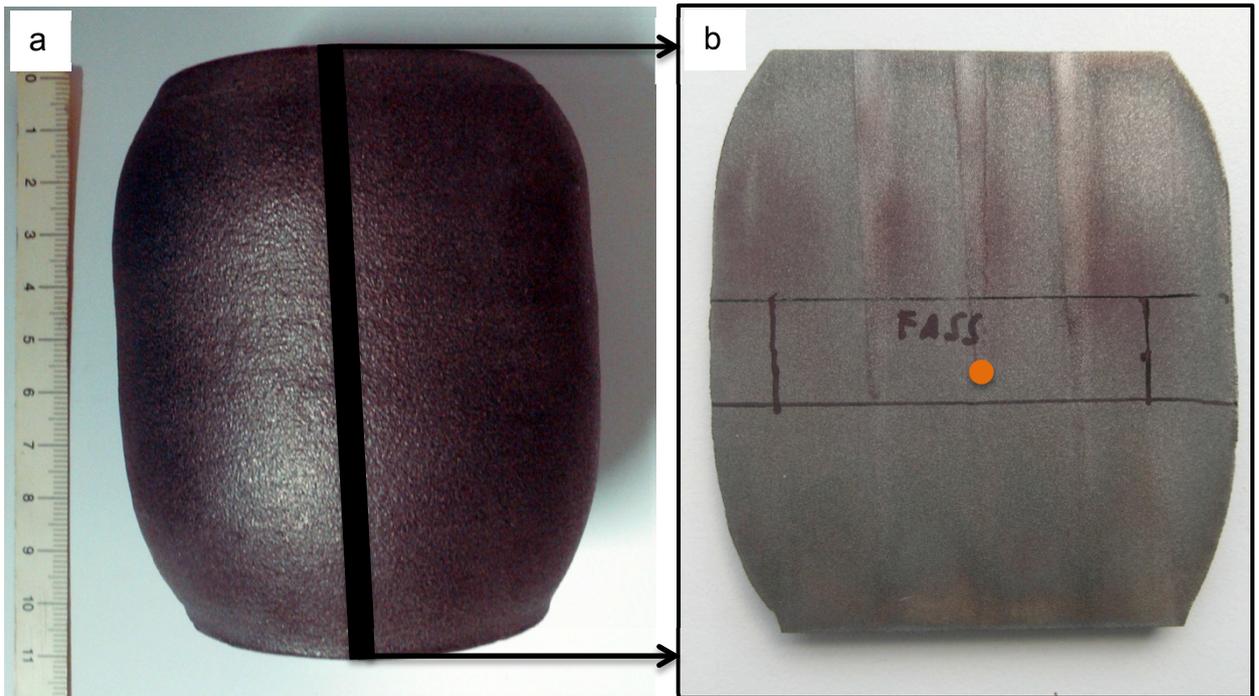


Abb. 4.20: a) Gestauchter Zylinder mit einer Länge von 105mm und einem mittleren Durchmesser von 83mm aus dem Material für Zugproben entnommen wurde; b) Querschnittsplatte.

Am Querschnittstreifen, Abb. 4.19b, und an der Querschnittsplatte, Abb. 4.20b, wurden REM-Aufnahmen angefertigt um sicherzustellen, dass das Gefüge von Pancake und Fass vergleichbar mit den Schmiederohlingen ist und somit auch die Zugversuchs- und Kriechversuchsergebnisse auf die Schmiederohlinge angewendet werden können. Abb. 4.21a und 4.21b zeigen REM-Aufnahmen des Pancakes und Abb. 4.22 die des Fasses.

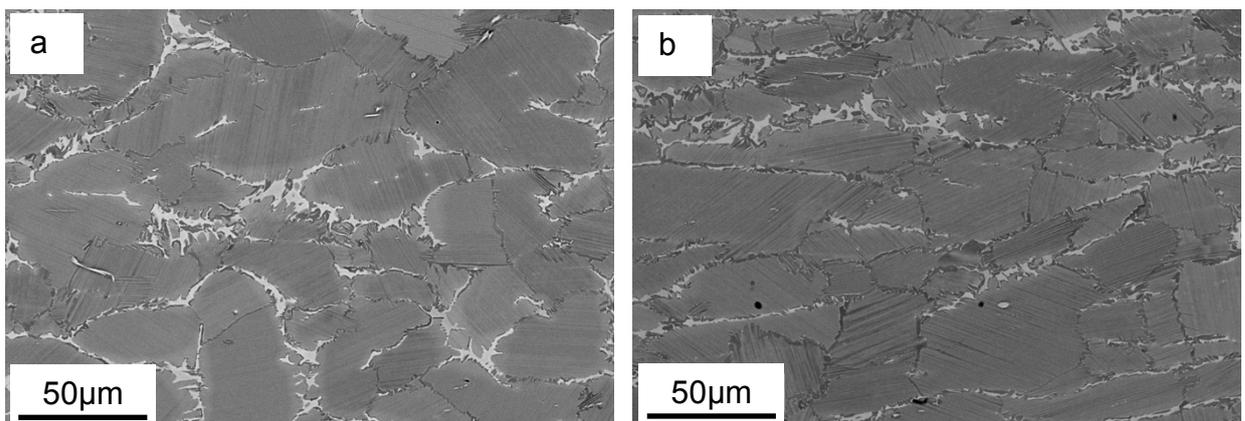


Abb. 4.21: REM-Gefügebildung des a) Querschnittstreifens vom Rand und b) aus der Mitte des Pancakes.

Abb. 4.21a und 4.21b sehen in Bezug auf Koloniegröße und Homogenität der β_0 -Phasenverteilung sehr ähnlich aus und lassen sich mit den zuvor untersuchten Schmiederohlingen vergleichen (siehe z.B. Abb. 4.6). Der einzige kleine Unterschied zwischen Abb. 4.21a, b ist der, dass die Lamellenabstände in den α_2/γ -Kolonien (Abb. 4.21a) offensichtlich feiner sind.

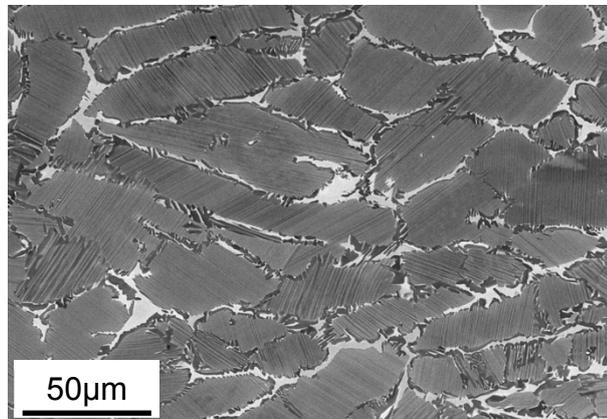


Abb. 4.22: REM-Gefügeaufnahme der Querschnittsplatte des Fasses.

Das Gefüge aus Abb. 4.22 weist noch etwas größere Lamellenabstände auf als jenes aus der Mitte des Pancakes. Die größeren Lamellenabstände in Abb. 4.21b und 4.22 entstanden aufgrund der niedrigeren Abkühlgeschwindigkeit in der Mitte der Schmiedeteile. Dadurch konnten Diffusionsprozesse länger einwirken. Nach einem Vergleich mit zuvor untersuchten Schmiederohlingen (Abb. 4.6) fällt auf, dass dort die α_2/γ -Lamellenabstände merklich geringer sind als die im Gefüge des Fasses vorliegenden. Man muss an dieser Stelle aber noch einmal kritisch anmerken, dass die Bestimmung des Lamellenabstandes im REM sehr subjektiv ist. Wahre Lamellenabstände können nur mittels aufwändiger TEM-Untersuchungen ermittelt werden, die aber in dieser Diplomarbeit nicht vorgesehen waren. In Tab. 4.32 bis 4.34 sind die Ergebnisse der quantitativen Metallografie, der Rietveld-Analyse und der Härtemessungen aufgelistet.

Tab. 4.32: β_0 -Phasenanteilsauswertung an den REM-Aufnahmen des Pancakes und des Fasses. Messwerte und Standardabweichung in vol.%.

| Probenname | β_0 | Standardabweichung |
|---------------|-----------|--------------------|
| Pancake Rand | 6,9 | 0,81 |
| Pancake Mitte | 5,1 | 0,00 |
| Fass | 7,6 | 1,70 |

Tab. 4.33: Ergebnisse der Rietveld-Analyse des Pancakes und des Fasses in vol.%.

| Probenname | α_2 | β_0 | γ |
|---------------|------------|-----------|----------|
| Pancake Rand | 35,6 | 6,4 | 58,0 |
| Pancake Mitte | 35,8 | 5,4 | 58,8 |
| Fass | 34,2 | 9,2 | 56,6 |

Tab. 4.34: Härtemessergebnisse des Pancakes und des Fasses sowie deren Standardabweichung in HV 10.

| Probenname | HV 10 | Standardabweichung |
|---------------|-------|--------------------|
| Pancake Rand | 408 | 3,3 |
| Pancake Mitte | 402 | 5,9 |
| Fass | 379 | 3,9 |

Die Ergebnisse aus Tab. 4.32 bis 4.34 des Pancakes sind sehr gut mit den Ergebnissen des Schmiederohlings aus Tab. 4.29 bis 4.31 vergleichbar. Bei den Ergebnissen des Fasses ist der β_0 -Anteil etwas größer und die Härte etwas geringer. Die Tatsache der geringeren Härte ist aufgrund der Form eines Fasses begründbar. Weil das Verhältnis Oberfläche zu Volumen kleiner ist und somit die Abkühlgeschwindigkeit geringer, ergeben sich größere Lamellenabstände in den α_2/γ -Kolonien, die die geringe Härte erklären.

4.5.1 Zugversuche

Zur Durchführung der Zugversuche wurde das Material Center Leoben MCL beauftragt, wobei je ein Zugversuch mit Proben von Pancake und Fass bei RT, bei 700°C, 750°C, 800°C und 850°C durchgeführt wurde. Es kam dafür die Norm DIN EN 10002-5 zur Anwendung. Der E-Modul wurde durch Regression im linear elastischen Bereich der Zugversuchskurve ermittelt. R_{low} und R_{high} bezeichnen jene Spannungspunkte zwischen denen die lineare Regression durchgeführt wurde. Da es, aufgrund der Gewindeinspannung, Einrichteffekte im unteren Lastbereich gab, unterscheiden sich die Regressionsgrenzpunkte R_{low} und R_{high} (Tab. 4.35) der Kurven voneinander. Deshalb ist die Bestimmung des E-Moduls mit größerer Unsicherheit verbunden. Die Ergebnisse der Messungen sind in Tab. 4.35 zusammengefasst.

Tab. 4.35: Zugversuchsergebnisse und Regressionsgrenzpunkte für die E-Modul-Bestimmung R_{low} und R_{high} der Proben von Pancake und Fass bei unterschiedlichen Temperaturen. Jene Proben denen ein R vorangestellt ist wurden aus dem Fass gefertigt.

| Proben-ID | Temperatur | R_{low} | R_{high} | E | $R_{p0,2}$ | R_m | A_g | A |
|-----------|------------|-----------|------------|-------|------------|-------|-------|------|
| | [°C] | [MPa] | [MPa] | [GPa] | [MPa] | [MPa] | [%] | [%] |
| 7 | RT | 150 | 200 | 157 | 848 | 895 | --- | 0,30 |
| R1 | RT | 200 | 300 | 148 | --- | 696 | --- | 0,20 |
| 2 | 700 | 180 | 220 | 132 | 590 | 727 | --- | 0,50 |
| R2 | 700 | 40 | 77 | 108 * | 517 | 580 | --- | 0,30 |
| 4 | 750 | 100 | 200 | 125 | 557 | 776 | --- | 0,90 |
| R3 | 750 | 44 | 66 | 152 * | 503 | 602 | --- | 0,40 |
| 1 | 800 | 120 | 200 | 114 | 545 | 685 | --- | 0,80 |
| R4 | 800 | 30 | 65 | 111 | 487 | 611 | 1,00 | 1,10 |
| 5 | 850 | 150 | 200 | 97 | 453 | 598 | 2,80 | 7,70 |
| R9 | 850 | 30 | 65 | 94 | 454 | 572 | 2,30 | 18,2 |

*Unsicherheit bei der E-Modul-Bestimmung aufgrund Krümmung in der Anfangssteigung (vermutlich Einrichteffekt der Proben durch Gewindeaufnahme). Dieser Effekt war bei den R-Proben stärker ausgeprägt.

Es fällt auf, dass bei den aus dem Fass gefertigten Proben sowohl der E-Modul, die Proportionalitätsgrenze $R_{p0,2}$ und die Zugfestigkeit R_m immer niedriger sind als bei jenen aus dem Pancake gefertigten Proben. Abb. 4.23 zeigt eine Aufstellung aller Zugversuchskurven.

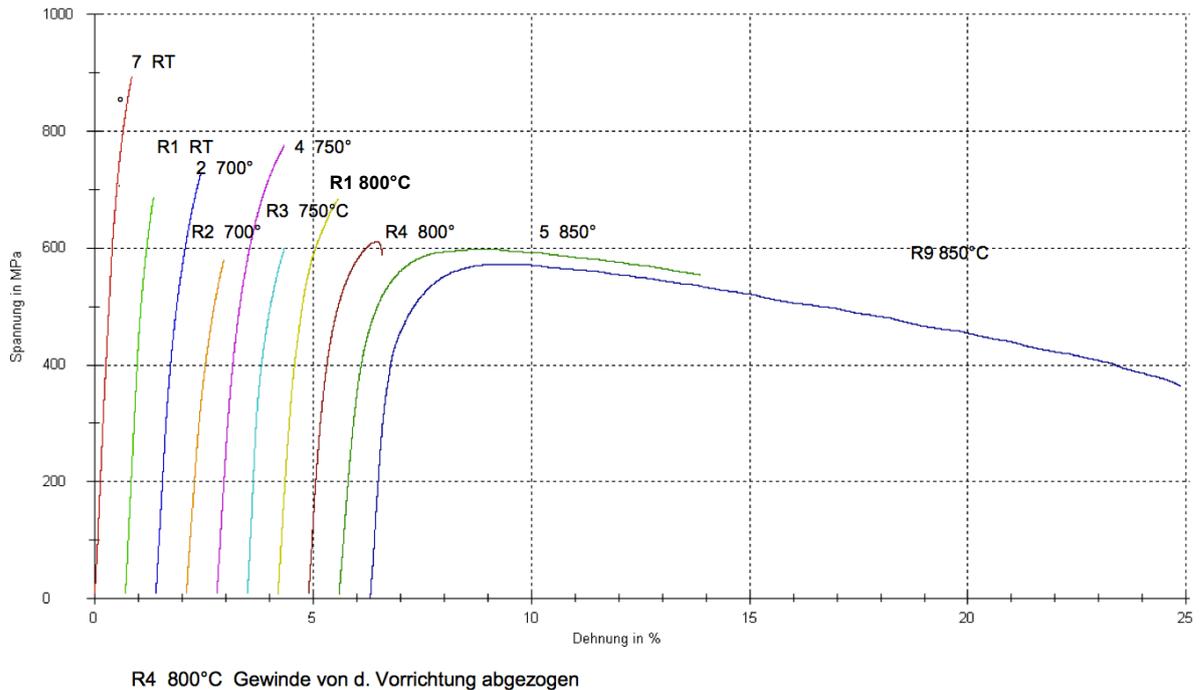


Abb. 4.23: Zugversuchskurven von Proben aus Pancake und Fass bei RT, 700°C, 750°C, 800°C und 850°C. Kurven, bei denen die Probennummer ein R enthält, stammen von Fassproben.

In Abb. 4.24 bzw. 4.25 sind die E-Moduli aller Zugversuchsproben bzw. die Streckgrenzen $R_{p0,2}$ und Zugfestigkeiten R_m als Funktion der Temperatur aufgetragen. Die Ausreißer beim E-Modul der Zugversuchsproben des Fasses bei 700°C und 750°C kamen wegen Unsicherheiten bei der E-Modul-Bestimmung aufgrund einer Krümmung der Anfangssteigung zustande und wurden daher in Abb. 4.24 nicht berücksichtigt. Des Weiteren liegt der E-Modul des Fasses bei RT um 9GPa unter jenem des Pancakes. Zu so einer großen Abweichung sollte es aufgrund des vorliegenden Gefüges nicht kommen. Ansonsten liegen die Werte der E-Moduli des Fasses um 3GPa unter jenen des Pancakes, d.h. innerhalb der Streuung, und nehmen mit zunehmender Temperatur ab. In Abb. 4.25 setzt sich dieser Trend fort, die Proportionalitätsgrenzen $R_{p0,2}$ und Zugfestigkeiten R_m nehmen mit zunehmender Temperatur ab und die Werte des Fasses liegen unter den Werten des Pancakes. Das ist dadurch erklärbar, dass die Lamellenabstände der α_2/γ -Kolonien im Fass größer sind (Abb. 4.21 und 4.22). Des Weiteren bewegt sich die Bruchdehnung A bis zu einer Temperatur von 800°C im Bereich von 0,3% bis 1,1%. Bei einer Temperatur von 850°C weist die plastische Dehnung von Pancake bzw. Fass einen starken Anstieg auf (7,7% bzw. 18,2%, Abb. 4.26).

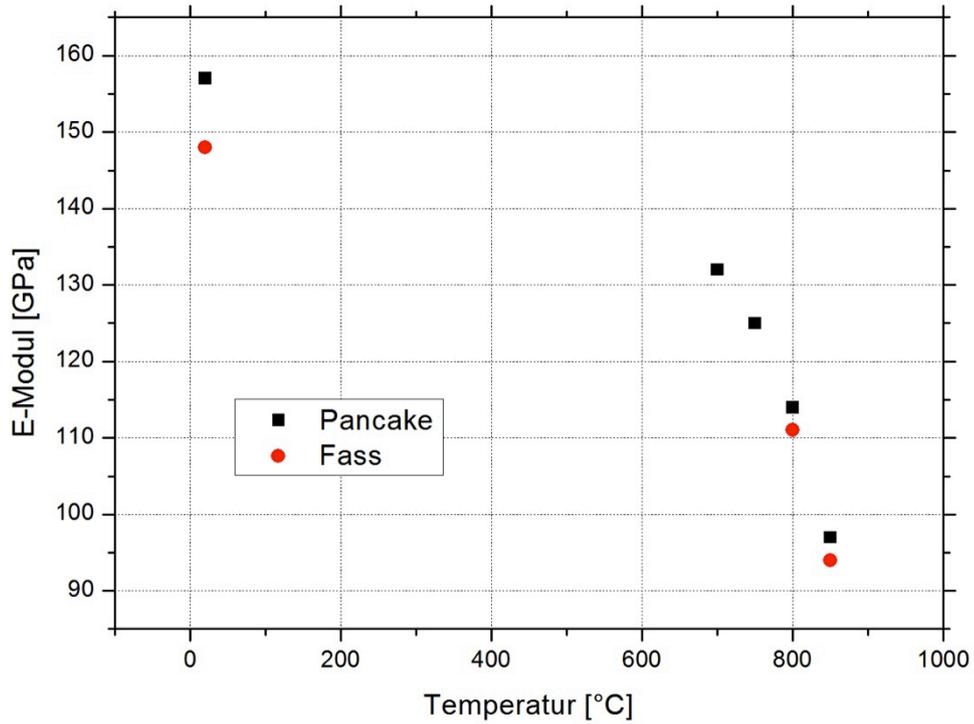


Abb. 4.24: E-Modul von Pancake und Fass als Funktion der Temperatur. Die Ausreißer aus Tab. 4.35 wurden nicht berücksichtigt.

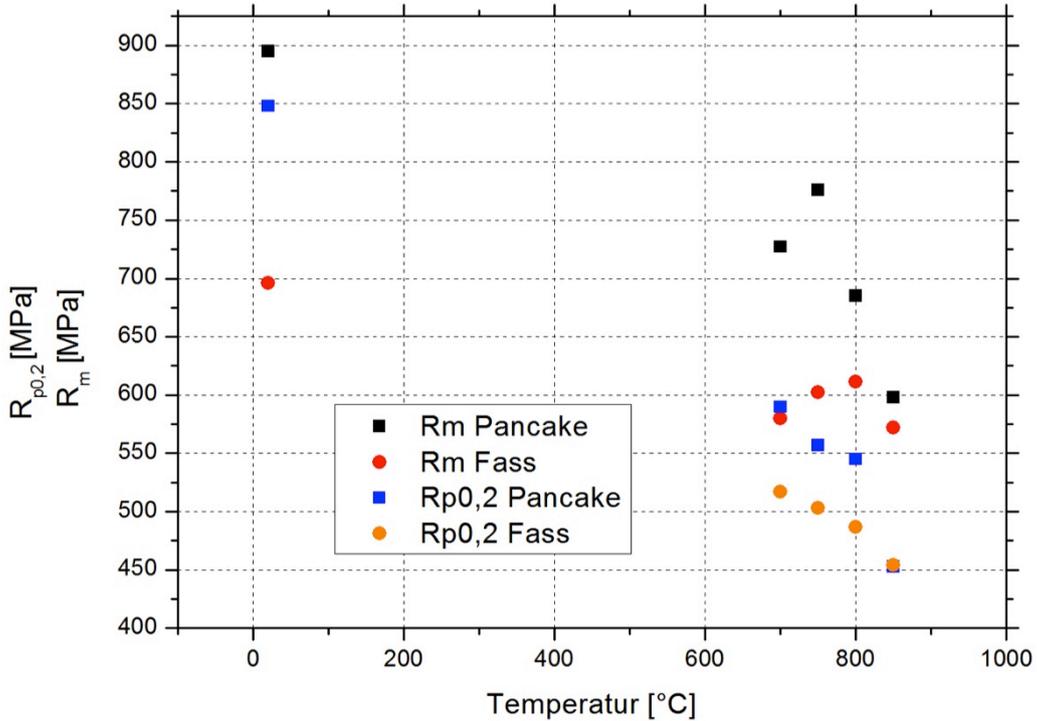


Abb. 4.25: Proportionalitätsgrenze $R_{p0,2}$ und Zugfestigkeit R_m von Pancake und Fass als Funktion der Temperatur.

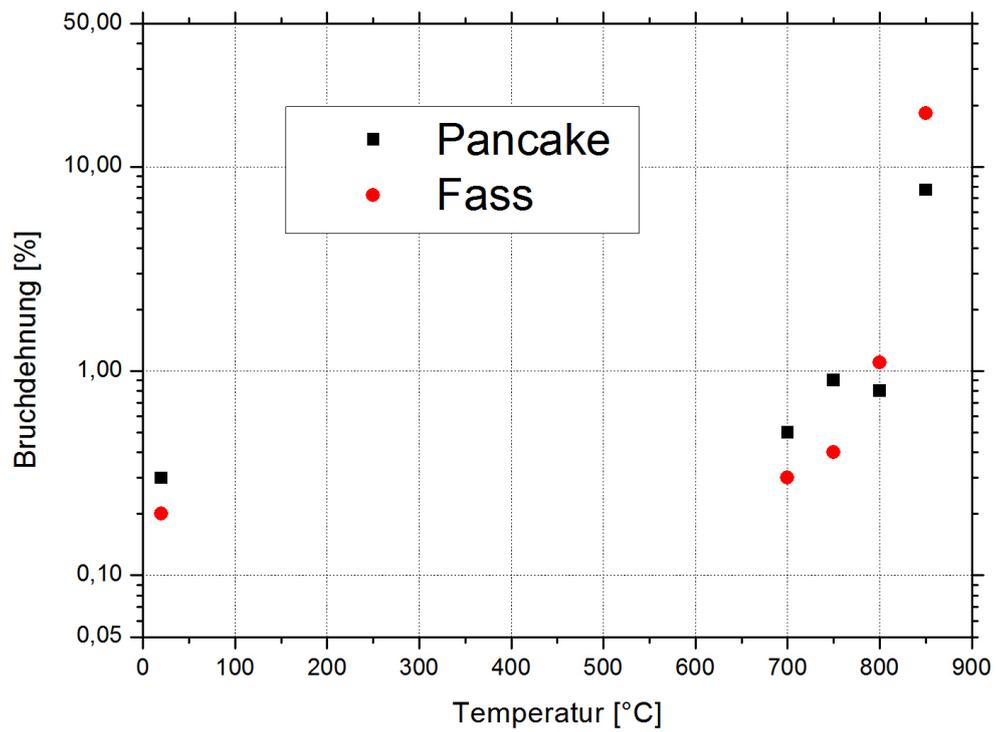


Abb. 4.26: Bruchdehnung A von Pancake und Fass als Funktion der Temperatur.

4.5.2 Kriechversuche

Um das Zeitstandsverhalten der TNMTM-Legierung zu untersuchen, wurden erste orientierende Kriechversuche bei unterschiedlichen Temperaturen und Belastungen durchgeführt und aus den erhaltenen Kriechkurven die minimale Kriechrate $\dot{\epsilon}_{\min}$ bestimmt. Sämtliche Kriechproben wurden aus dem Material des Pancakes gefertigt. Abb. 4.27 zeigt beispielhaft eine Kriechkurve bei 750°C und 200MPa. Nach 300h wurde der Kriechversuch abgebrochen. Um nun die Kriechrate zu bestimmen, wurde

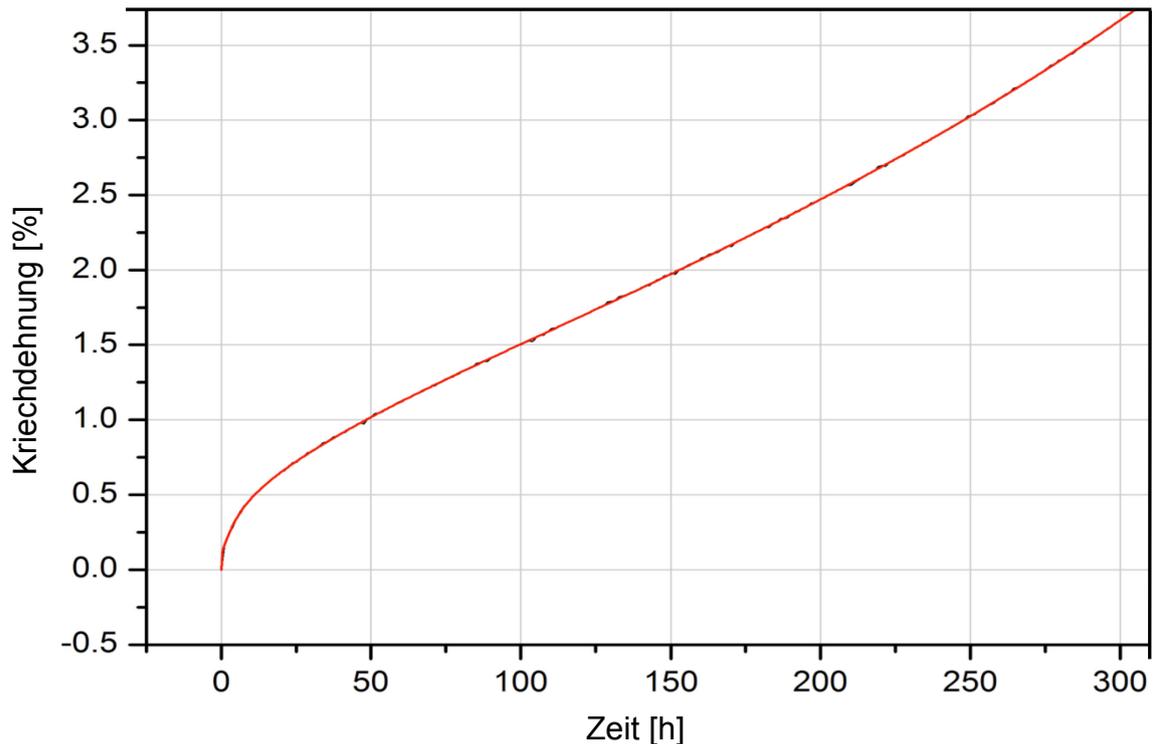


Abb. 4.27: Exemplarische Kriechversuchskurve einer TNMTM-Probe, aufgetragen als Kriechdehnung als Funktion der Zeit. Die Probe wurde aus dem Pancake entnommen. Die Prüfbedingungen lauteten: 200MPa und 750°C. Nach 300h wurde der Versuch abgebrochen.

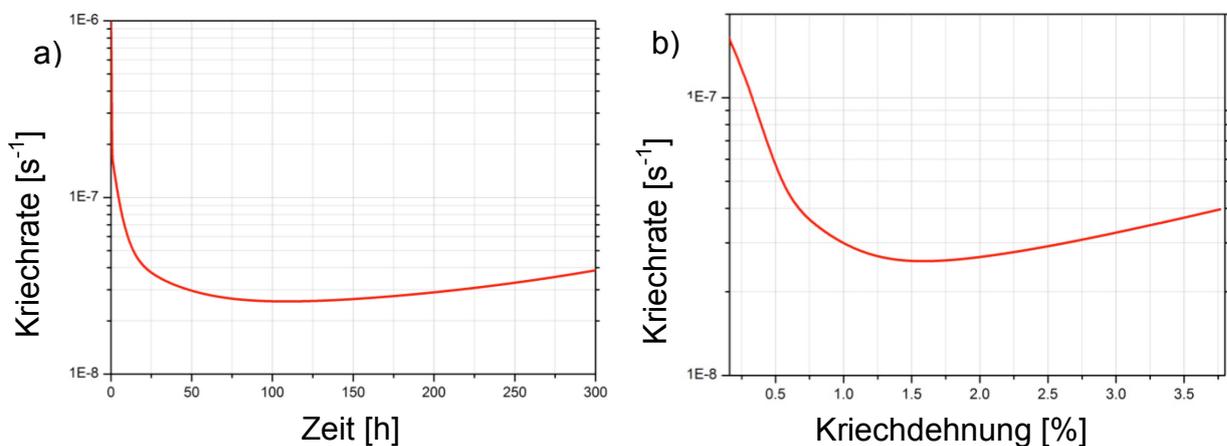


Abb. 4.28: a) Kriechrate $\dot{\epsilon}$ vs. Zeit t ; b) Kriechrate $\dot{\epsilon}$ vs. Kriechdehnung ϵ .

die erste Ableitung der Kriechkurve gebildet. Diese wurde über die Zeit (Abb. 4.28a) bzw. über die Kriechdehnung (Abb. 4.28b) aufgetragen. Dabei fällt auf, dass die Kriechrate keinen so genannten „steady state“-Bereich aufweist. Das kommt daher, weil die Probe kriecht und somit der Querschnitt abnimmt, die Last aber dieselbe bleibt. Ein zweiter Grund können auftretende Gefügeinstabilitäten sein, die besonders bei mehrphasig aufgebauten Werkstoffen eine Rolle spielen. Daher erfolgte nach dem Kriechversuch eine Charakterisierung der Kriechproben. Alle nachfolgenden REM-Aufnahmen und Messungen, die zur Charakterisierung dienen, wurden aus der Mitte der Kriechproben, aus jenem Bereich wo auch die höchste Kriechdehnung auftrat, entnommen. In Abb. 4.29 sind exemplarisch die REM-Aufnahmen, die dazugehörigen Härtemessergebnisse sowie die Ergebnisse der Rietveld-Analysen von Kriechproben, welche bei 700°C, 725°C und 750°C und einer Anfangsspannung von 200MPa für 300h geprüft wurden und vom Ausgangsmaterial, dem Pancake, dargestellt.

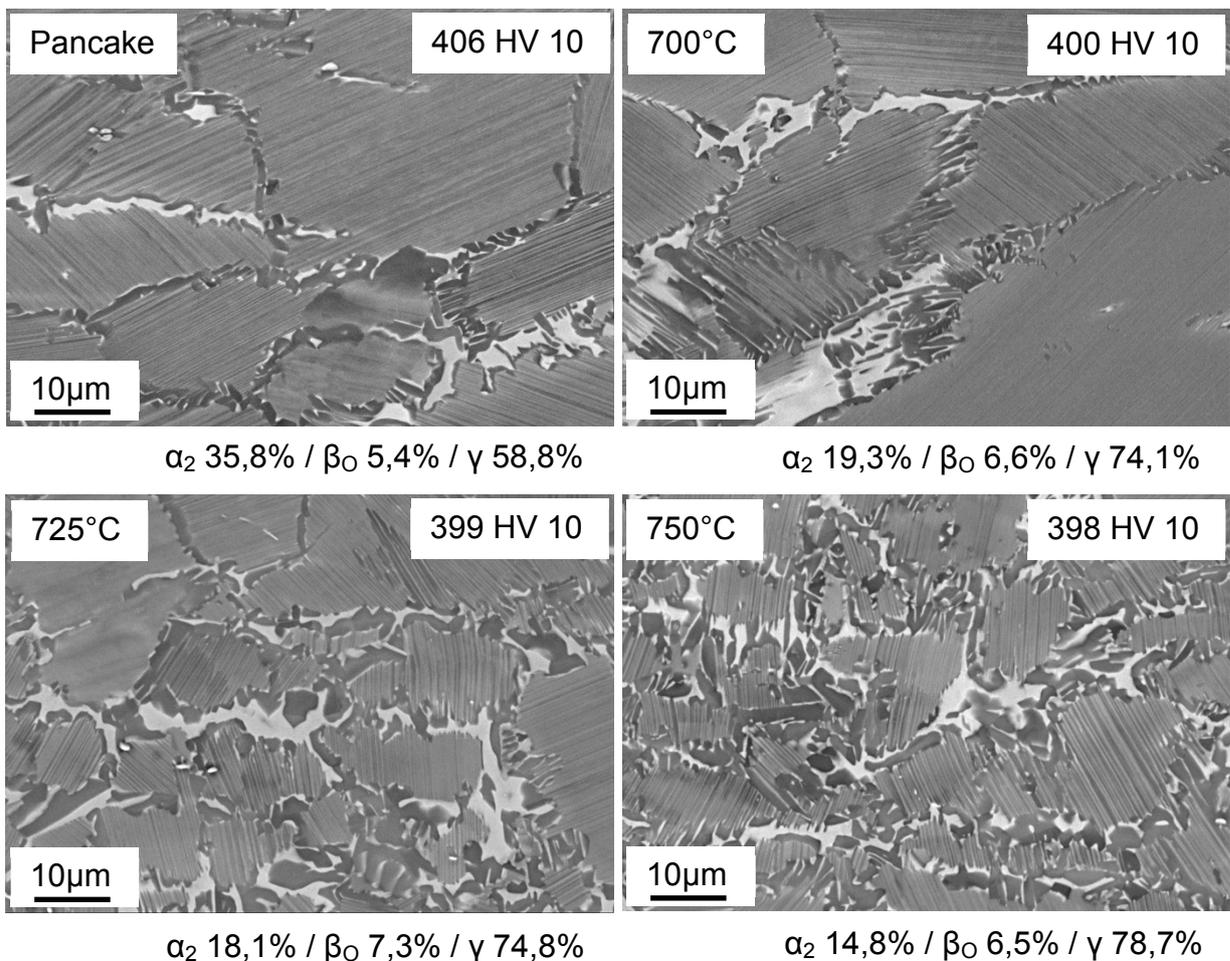


Abb. 4.29: Vergleich des Ausgangsmaterials der Kriechproben (Pancake), mit den bei 700°C, 725°C und 750°C für 300h mit 200MPa belasteten Kriechproben hinsichtlich Gefüge, Härte (HV 10) und Phasenzusammensetzung (vol.%).

Nach Vergleich der in Abb. 4.29 abgebildeten REM-Aufnahmen fällt auf, dass mit steigender Kriechversuchstemperatur der Lamellenabstand in den α_2/γ -Kolonien zunimmt sowie ein bestimmter Anteil an globularem γ auftritt. Der β_0 -Anteil bleibt nahezu konstant. Des Weiteren ist ersichtlich, dass der γ -Phasenanteil, welcher im Ausgangszustand um ca. 10 vol.% geringer ist als der Gleichgewichtsphasenanteil von ca. 70 vol.%, nach dem Kriechen höhere Werte aufweist als der Gleichgewichtszustand, nämlich umso höher, je höher die Kriechtemperatur ist. Auffallend dabei ist, dass trotz dieser Gefügeveränderung sich die Härte nur wenig, von 406 HV 10 im Ausgangszustand auf 398 HV 10 nach einer Kriechbelastung bei 750°C, ändert.

Um aus den Kriechkurven die Kriechrate zu erhalten, wird wie vorhin beschrieben vorgegangen. Es wurde das Minimum der Kriechrate als Vergleichskennzahl bestimmt. Des Weiteren wurde jene Zeit bestimmt, bei der die Kriechdehnung 1% erreicht hat sowie die Dehnung bei 300 Stunden. Die Kriechkurven der Proben befinden sich im Anhang D. In Tab. 4.36 sind die Ergebnisse der Kriechversuche zusammengefasst. Die darin angeführten Probennummern beziehen sich auf die Positionen in Abb. 4.19 mit der Bezeichnung „KR“.

Tab. 4.36: Ergebnisse der Kriechversuche bei 700°C, 725°C und 750°C bei verschiedenen Belastungen und einer Versuchsdauer von 300h.

| Probennummer | Temperatur [°C] | Last [MPa] | Dauer [h] | 1% Dehnung nach [h] | Dehnung nach 300h [%] | min. Kriechrate [10^{-8} s^{-1}] |
|--------------|-----------------|------------|-----------|---------------------|-----------------------|----------------------------------------------|
| 1 | 750 | 200 | 300 | 47,5 | 3,67 | 2,580 |
| 2 | 700 | 200 | 300 | >300 | 0,80 | 0,279 |
| 3 | 750 | 237 | 300 | 24,5 | 8,58 | 4,590 |
| 4 | 725 | 200 | 300 | 197 | 1,31 | 0,824 |
| 6 | 750 | 200 | 300 | 33 | 4,38 | 2,790 |
| 7 | 750 | 142 | 300 | 147 | 1,52 | 0,965 |
| 8 | 750 | 250 | 300 | 18 | 17,8 | 6,240 |

Ein weiteres Ziel der Kriechversuche war es, die Aktivierungsenergie Q_c und den Spannungsexponenten n zu bestimmen. Hierzu wurde die Dorn-Gleichung verwendet [22]:

$$\dot{\epsilon}_{\min} = A \cdot \left(\frac{\sigma}{G}\right)^n \cdot e^{-\frac{Q_c}{R \cdot T}} \quad (4.3)$$

4 Ergebnisse und Diskussion

Dabei ist die Kriechrate $\dot{\varepsilon}_{\min}$ abhängig von einer Werkstoffkonstante A , der Kriechspannung σ , des Schubmoduls G , des Spannungsexponenten n , der Aktivierungsenergie Q_c , der Temperatur T und der Gaskonstante R . Die Aktivierungsenergie konnte aus Gl. 4.3 bestimmt werden, indem die Kriechspannung konstant bei 200MPa gehalten wurde und vier Kriechversuche bei unterschiedlichen Temperaturen (700°C, 725°C und 750°C) gefahren wurden (Proben 1, 2 und 4). Durch eine Arrheniusauftragung von $\ln(\dot{\varepsilon})$ über $\frac{1}{T}$ kann nun aus der Steigung b nach Gl. 4.4 die Aktivierungsenergie berechnet werden (Abb. 4.30) [22].

$$b = \frac{-Q_c}{R} \rightarrow Q_c = -b \cdot R \quad (4.4)$$

Die Steigung b bekommt man aus der Regressionsgeraden, die in Abb. 4.30 angegeben ist. Diese beträgt -46299 und der Wert der universellen Gaskonstante beträgt $8,314 \frac{J}{mol K}$. Nach Einsetzen in Gleichung 4.4 ergibt sich für die Aktivierungsenergie $Q_c = 384,9 \frac{kJ}{mol}$, was für eine kriechfeste TiAl-Legierung ein vernünftiger Wert ist [22].

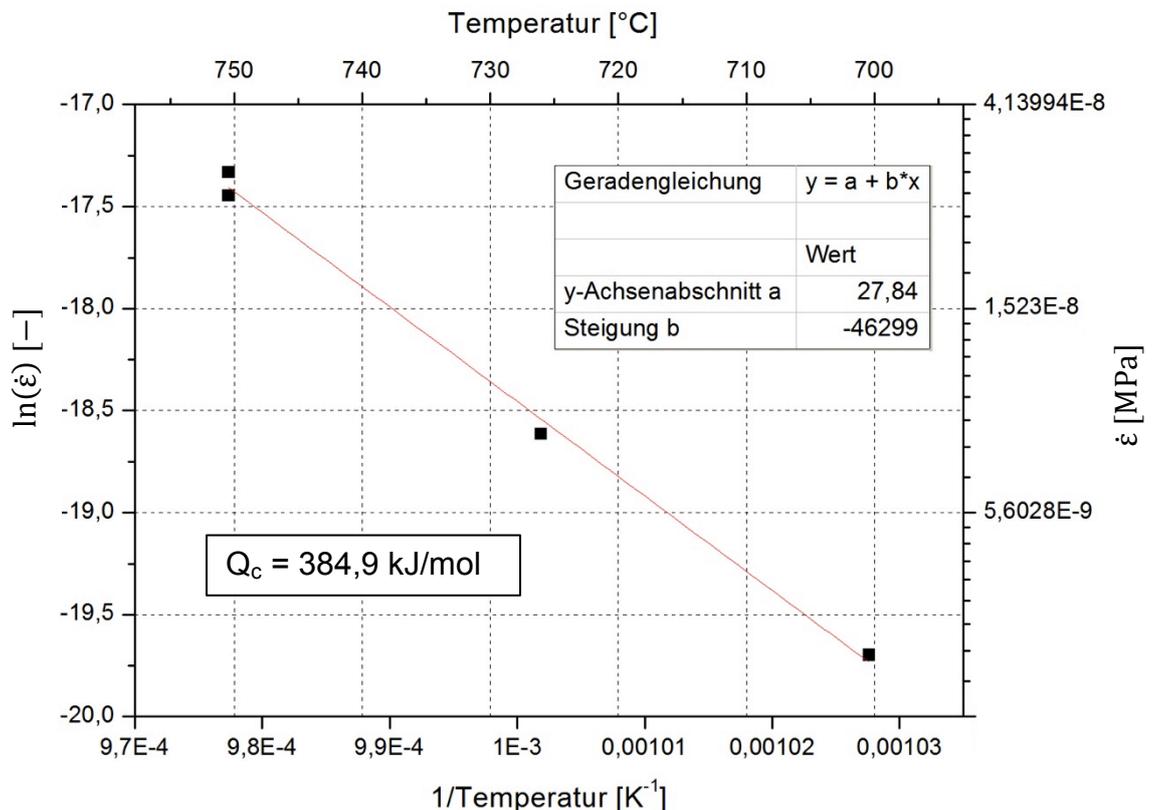


Abb. 4.30: Arrheniusplot zur Ermittlung der Aktivierungsenergie Q_c für den Kriechprozess in der TNMTM-Legierung.

4 Ergebnisse und Diskussion

Zur Bestimmung des Spannungsexponenten n wurde wie folgt vorgegangen. Es wurden fünf Kriechversuche durchgeführt. Diesmal mit einer konstanten Temperatur von 750°C und unterschiedlichen Spannungen (142MPa, 200MPa und 237MPa). Zur Auswertung wurden die Proben mit den Nummern 1,3,6,7 und 8 verwendet. Somit ergibt sich aus Gleichung 4.3 folgender Zusammenhang:

$$\dot{\epsilon} = C \cdot \sigma^n \rightarrow \ln(\dot{\epsilon}) = \ln(C) + n \cdot \ln(\sigma) \quad (4.5)$$

C ist dabei eine Konstante und n entspricht der Steigung in Abb. 4.31. Als Wert für den Spannungsexponenten ergibt sich aus Abb. 4.31 ein Wert von $n = 3,20$, was auf typisches Versetzungskriechen hinweist.

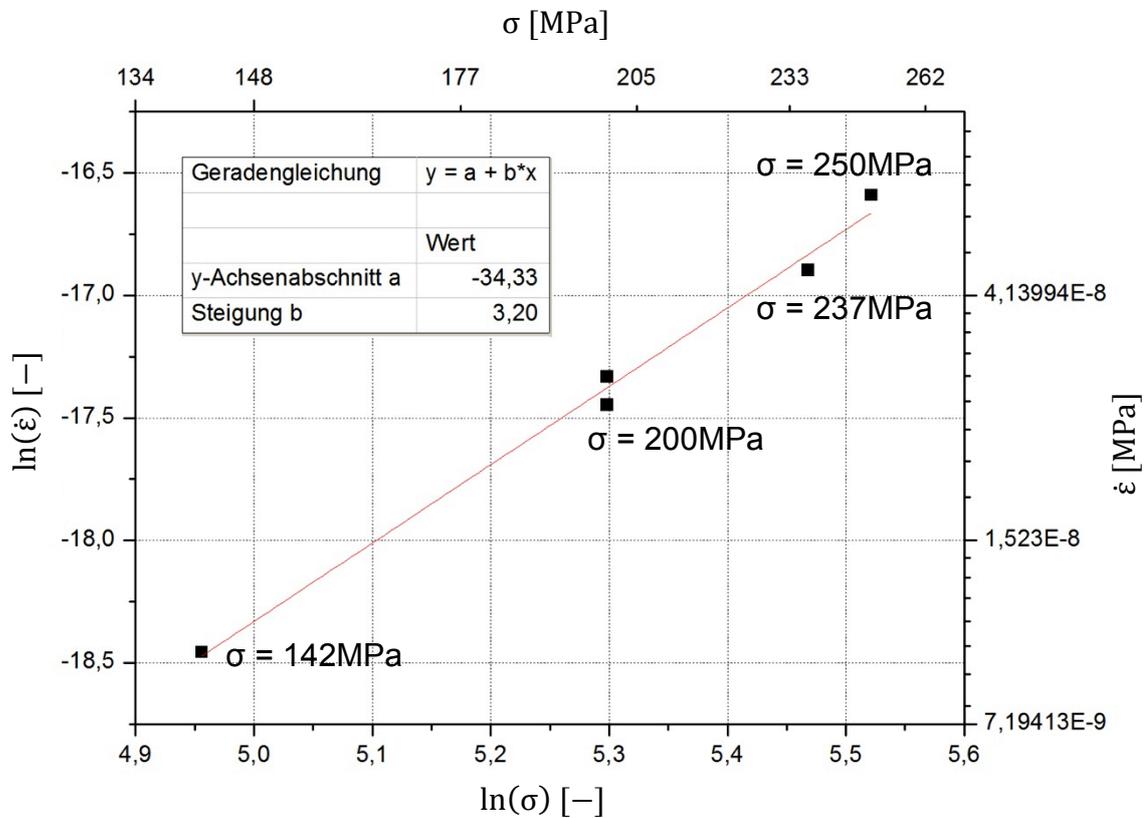


Abb. 4.31: Auftragung von $\ln(\dot{\epsilon})$ als Funktion von $\ln(\sigma)$ zur Ermittlung des Spannungsexponenten n .

5 Zusammenfassung und Ausblick

Um eine TNMTM-Legierung mit der nominellen Zusammensetzung von Ti-43,5Al-4Nb-1Mo-0,1B als Turbinenlaufradwerkstoff im Turbolader einsetzen zu können, war es erforderlich eine Werkstoffcharakterisierung an dieser Legierung durchzuführen. Dazu wurden REM-Untersuchungen der Mikrostruktur, Phasenanteilsanalysen und XRD-Messungen bei Raumtemperatur mit anschließender Rietveld-Analyse, am Gussmaterial zweier Hersteller sowie an den daraus hergestellten Schmiederohlingen durchgeführt. An den REM-Aufnahmen verschiedener Positionen am Schmiederohling ist ein homogenes Gefüge hinsichtlich der α_2/γ -Koloniegröße und der β_0 -Phasenverteilung festzustellen. Diese Untersuchungen wurden durch Härtemessungen, Zug- und Kriechversuche ergänzt, um die Korrelation zwischen Mikrostruktur und mechanischen Eigenschaften darzustellen. Des Weiteren wurden die thermophysikalischen Eigenschaften bis zu Temperaturen von 1100°C ermittelt.

Um die mechanischen Eigenschaften bei Einsatztemperatur zu überprüfen, wurden erste orientierende Zug- und Kriechversuche bei erhöhten Temperaturen an TNMTM-Proben durchgeführt. Aus den Kriechversuchsergebnissen wurde die Aktivierungsenergie des Kriechprozesses und der Spannungsexponent bestimmt. Es ist von großem Interesse diesen potentiellen Turbinenlaufradwerkstoff hinsichtlich der Eigenschaften optimiert umzuformen, um auf nachfolgende gefügekonditionierende Wärmebehandlungen verzichten zu können. Um einen solchen eigenschaftsoptimierten Schmiedeprozess auf seine Serientauglichkeit zu überprüfen, wurde der so genannte „Stresstest“ durchgeführt. Bei diesem „Stresstest“ wurde in einer großen Serie das entstandene Schmiedegefüge sowie dessen Reproduzierbarkeit überprüft. Das Resultat erwies sich als positiv, da sich durch die ausreichend schnelle Luftabkühlung geringe α_2/γ -Lamellenabstände in den Kolonien ergaben, welche zur Erzielung der gewünschten (Kriech)-Festigkeiten notwendig sind.

Abweichend vom optimalen Prozess wurden auch einige Sonderfälle untersucht, die im Zuge eines industriellen Umformprozesses auftreten können. Diese waren Pressluftabkühlung anstatt Luftabkühlung nach dem Schmieden, Abkühlung und Wiedererwärmung des Schmiedeguts vor der Umformung, längere Ofenhaltedauer vor dem Schmieden. Alle diese Sonderfälle führten zu keiner, über die Messunsicherheit hinausgehenden, Veränderung des Gefüges. Nur ein Sonderfall, das Schmieden bei einer um 100°C zu niedrigeren Schmiedetemperatur, führte zu einer unerwünschten Gefügeveränderung. Des Weiteren wurde untersucht, bis zu welchen Temperaturen

das Gefüge ausgesetzt werden kann, ohne signifikante Gefügeveränderungen zu zeigen. Dabei stellte sich eine Grenztemperatur von 950°C heraus.

Die Erkenntnisse der Diplomarbeit sind zusammenfassend in Abb. 5.1 dargestellt. Die Abbildung zeigt einen Turbinenläufer aus der TNMTM-Legierung, der mittels dem in der Diplomarbeit beschriebenen Herstellprozess gefertigt wurde [23]. Nach dem eigenschaftsoptimierten Schmieden wurde aus dem Schmiedeteil durch Präzisionsfräsen das Turbinenlaufrad herausgearbeitet. Die Verbindung mit der Stahlwelle erfolgte durch ein spezielles Lötverfahren. Die dargestellten Turbinenlaufräder befinden sich bereits in Turboladern, die in Motorentests geprüft werden. Ein künftiger Einsatz in Serienfahrzeugen ist also nicht mehr in allzu weiter Ferne.



Abb. 5.1: Turbinenläufer aus der TNMTM-Legierung mit Stahlwelle [23].

Literaturverzeichnis

- [1] H. Clemens, H. Kestler, Processing and Applications of Intermetallic γ -TiAl-Based Alloys, *Advanced Engineering Materials*, 2(2000) 551–570.
- [2] H. Clemens, S. Mayer, Intermetallisches Titanaluminid – Ein innovativer Leichtbauwerkstoff für Hochtemperaturanwendungen, 156(2011) 255–260.
- [3] T. Tetsui, The effect of composition on the endurance of TiAl alloys in turbocharger applications, *Gamma Titanium Aluminides*, Y-W. Kim, D.M. Dimiduk, M.H. Loretto, eds., The Minerals, Metals and Materials Society (TMS), Warrendale, PA, USA, 1999, pp. 15–23.
- [4] H. Baur, D. B. Wortberg, H. Clemens, Titanium Aluminides for Automotive Applications, *Gamma Titanium Aluminides*, Y.W. Kim, H. Clemens, A.H. Rosenberger, eds., The Minerals, Metals and Materials Society (TMS), Warrendale, PA, USA, 2003, pp. 23–31.
- [5] R. Golloch: Downsizing bei Verbrennungsmotoren, Springer, Berlin, Heidelberg, 2005, ISBN 3-540-23883-2, p. 6.
- [6] M. Pickel, Funktionsweise eines TL, <http://www.turbolader.de/fkttbl.html>, März 2012.
- [7] M. Mayer, G. Krämer, Abgasturbolader, Sinnvolle Nutzung der Abgasenergie, verlag moderne industrie, ISBN 3-478-93116-9, Landsberg, 1994.
- [8] H. Clemens, S. Mayer, Intermetallische γ -Titanaluminid-Basislegierungen aus metallographischer Sicht – eine Fortsetzung, *Praktische Metallografie*, 48(2011) 64–100.
- [9] H. Clemens, Intermetallische Werkstoffe für Anwendungen in Automobil- und Flugzeugtriebwerken, *BHM*, 153(2008) 337–341.
- [10] H. Clemens, W. Wallgram, S. Kremmer, V. Güther, A. Otto, A. Bartels, Design of Novel β -Solidifying TiAl Alloys with Adjustable β /B2-Phase Fraction and Excellent Hot-Workability, *Advanced Engineering Materials*, 10(2008) 707–713.
- [11] B. Böck, Untersuchung und Verifizierung des quasibinären Zustandsdiagramms für β -erstarrende TNM-Legierungen auf Basis von Ti-(41-45)Al-4Nb-1Mo-0.1B, Diplomarbeit, Montanuniversität Leoben, Österreich, 2008.
- [12] N. Saunders, *Gamma Titanium Aluminides 1999*, ed. Y-W. Kim, D. M. Dimiduk and M. H. Loretto, The Minerals, Metals and Materials Society (TMS), Warrendale, PA, 1999, pp. 183-194.

- [13] V. Küstner, Untersuchungen zur Gefügebildung bei der Erstarrung von Titanaluminid-Legierungen unterschiedlicher Konstitution, Dissertation, Christian-Albrechts-Universität Kiel, 2003.
- [14] M. J. Blackburn, The Science, Technology and Application of Titanium, Pergamon Press, Oxford, 1970, p. 663.
- [15] M. Schloffer, laufende Dissertation, Montanuniversität Leoben, Österreich, 2011.
- [16] E. Schwaighofer, M. Schloffer, T. Schmölder, S. Mayer, J. Lindemann, V. Guether, J. Klose, H. Clemens, Microstructural optimisation of a cast and hot-isostatically pressed TNM alloy by heat treatments, 4th International Workshop on Titanium Aluminides, Nürnberg, Deutschland, 2011.
- [17] W. Wallgram, T. Schmölder, L. Cha, G. Das, V. Güther, H. Clemens, Technology and mechanical properties of advanced γ -TiAl based alloys, International Journal of Materials Research, 100(2009) 1021–1030.
- [18] A. Gaitzenauer, M. Müller, H. Clemens, P. Voigt, R. Hempel, S. Mayer Eigenschaftsoptimiertes Warmumformen einer intermetallischen TiAl-Legierung, BHM, 157(2012) 319-322.
- [19] Gesellschaft für Elektrometallurgie mbH: Gamma Titanaluminid, www.gfe.com (01. Juni 2012).
- [20] M. Schloffer, T. Schmölder, S. Mayer, E. Schwaighofer, G. Hawranek, F.-P. Schimansky, F. Pyczak, H. Clemens, The Characterisation of a Powder Metallurgically manufactured TNM™ Titanium Aluminide Alloy using Complimentary Quantitative Methods, Praktische Metallografie, 48(2011) 594-604.
- [21] L. Spieß, G. Teichert, R. Schwarzer, H. Behnken, C. Genzel, Moderne Röntgenbeugung, 2nd ed., Vieweg + Teubner, ISBN 978-3-8351-0166-1, Wiesbaden, 2009.
- [22] F. Appel, M. Oehring, γ -Titanium Aluminide Alloys: Alloy Design and Properties, Titanium and Titanium Alloys. Fundamentals and Applications., Edited by C. Leyens and M. Peters, WILEY-VCH Verlag, ISBN 3-527-30534-3, Weinheim, 2003, pp. 89–152.
- [23] CCN Group, Thyez, Frankreich, 2012.

Anhang A: Bildbearbeitung und Phasenanalyse

Bildbearbeitung der REM-Aufnahmen in Adobe Photoshop:

1) Bilder im Photoshop öffnen und in Graustufen konvertieren

Bild → Modus → Graustufen

2) Lamellen in den α_2/γ -Kolonien verwischen und Kontrast erhöhen

→ Filter

→ Scharfzeichnungsfilter

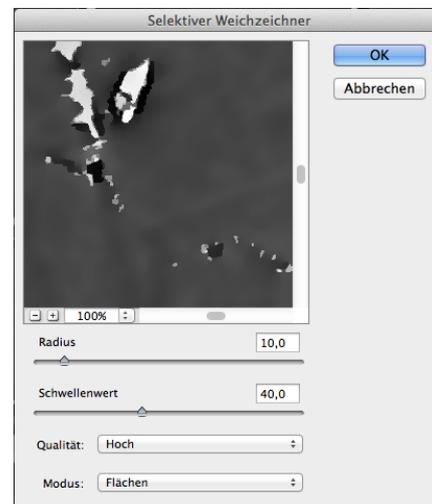
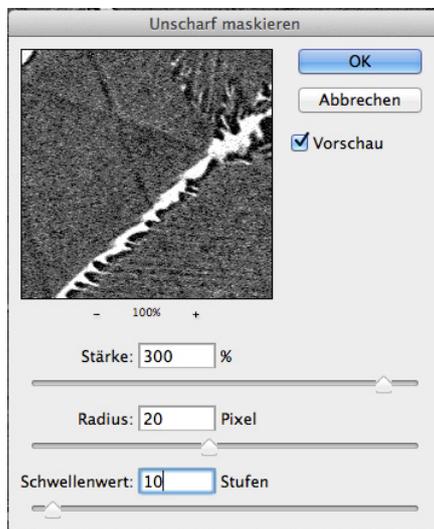
→ Unschärf maskieren

→ Filter

→ Weichzeichnungsfilter

→ selektiver Weichzeichnungsfilter

Parameter sollen immer gleich sein



3) Störende Pixel-Punkt Artefakte in Bildern entfernen

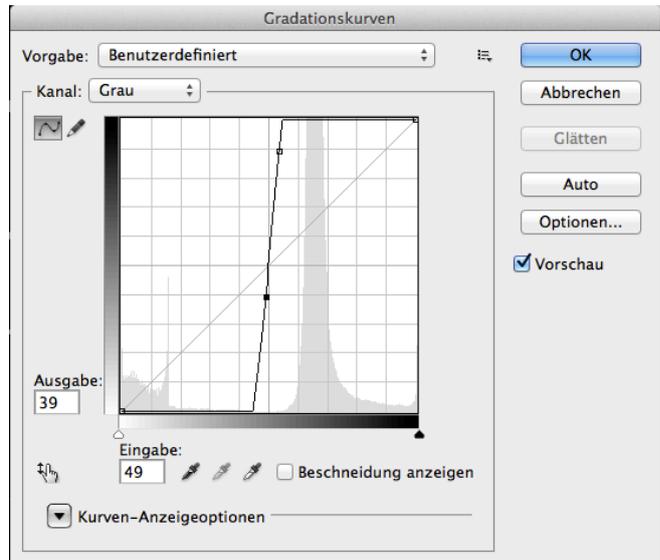
→ Filter

→ Rauschfilter

→ Helligkeit interpolieren

4) Grauwerte verschieben, damit β_0 -Anteile weiß und α_2/γ -Kolonien schwarz werden

- Bild
- Korrekturen
- Gradationskurven



Phasenanalyse in Analysis:

1) Rahmen setzen

Bilder

Rahmen setzen → Messbereich auswählen (Schriftfeld weglassen, mit rechter Maustaste bestätigen)

Bild anklicken

Bearbeiten

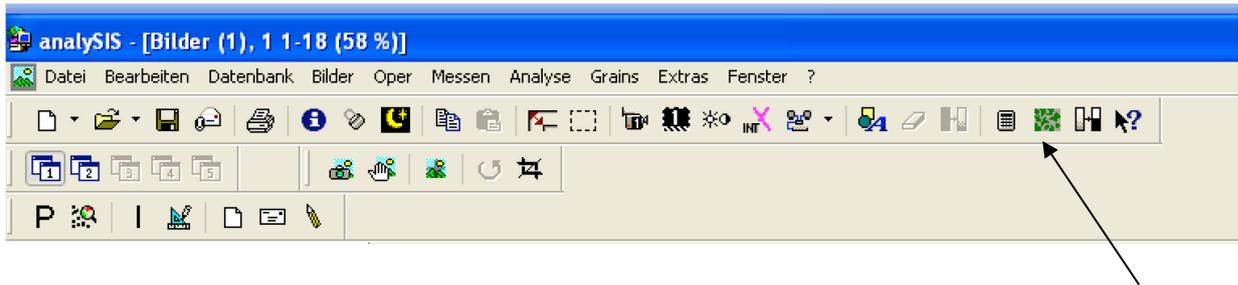
Kopieren

Bild in nächstes leeres Feld auf der linken Seite einfügen (sorgt dafür, dass nur der Rahmeninhalt ausgewertet wird)

2) Schwellwerte setzen für Phasenanalyse

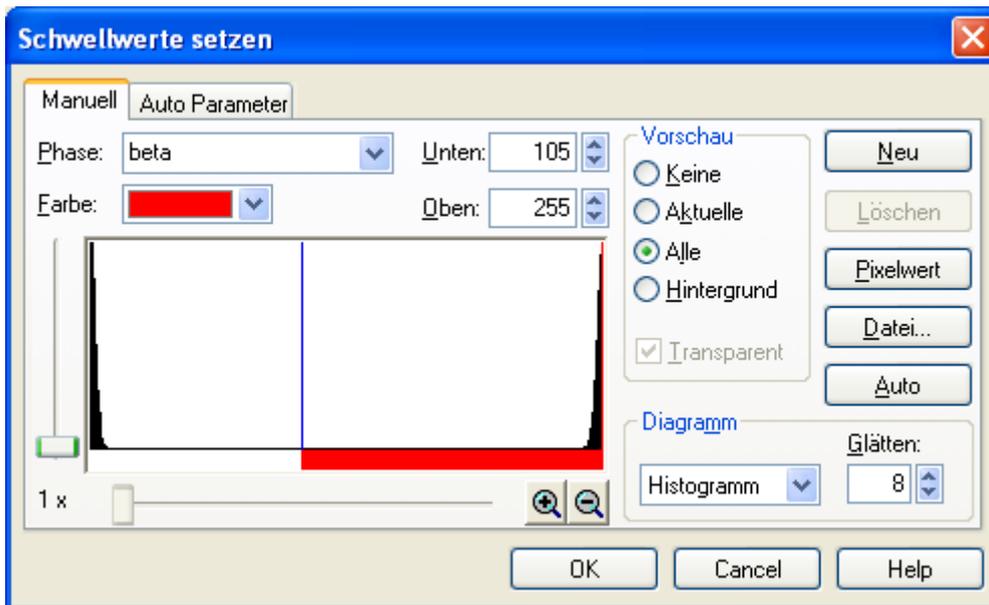
Bilder

Schwellwerte setzen



Phase zuweisen (immer die gleiche Farbkodierung beibehalten)

Phase 1: rot



3) Phasenanalyse → Werte ausgeben

Messen

Phasenanalyse → Ergebnisse werden in Tabelle angezeigt → in Excel Sheet kopieren

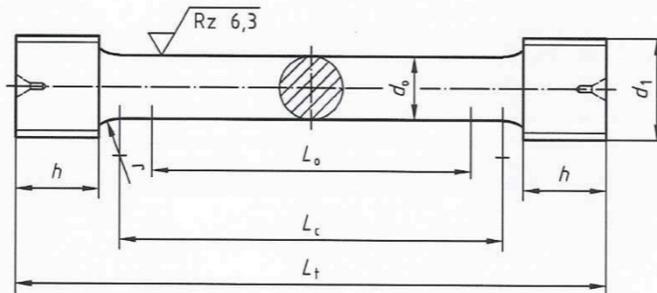
Messen

Phasen Farbkodierung → gibt Bild mit Farbkodierung aus, abspeichern und dann löschen

Anhang B: Fertigungszeichnung für Zugversuchsproben

DIN 50125:2009-07

4.3 Zugprobe Form B



Legende

| | | | |
|-------|------------------------|-------|----------------------------------------|
| d_0 | Probendurchmesser | L_0 | Anfangsmesslänge ($L_0 = 5 d_0$) |
| d_1 | Metrisches ISO-Gewinde | L_c | Versuchslänge ($L_c \geq L_0 + d_0$) |
| h | Kopfhöhe | L_t | Gesamtlänge |

Bild 2 — Rundprobe mit Gewinde-Köpfen, Form B

Bezeichnung einer Zugprobe Form B mit Probendurchmesser $d_0 = 14$ mm und Anfangsmesslänge $L_0 = 70$ mm:

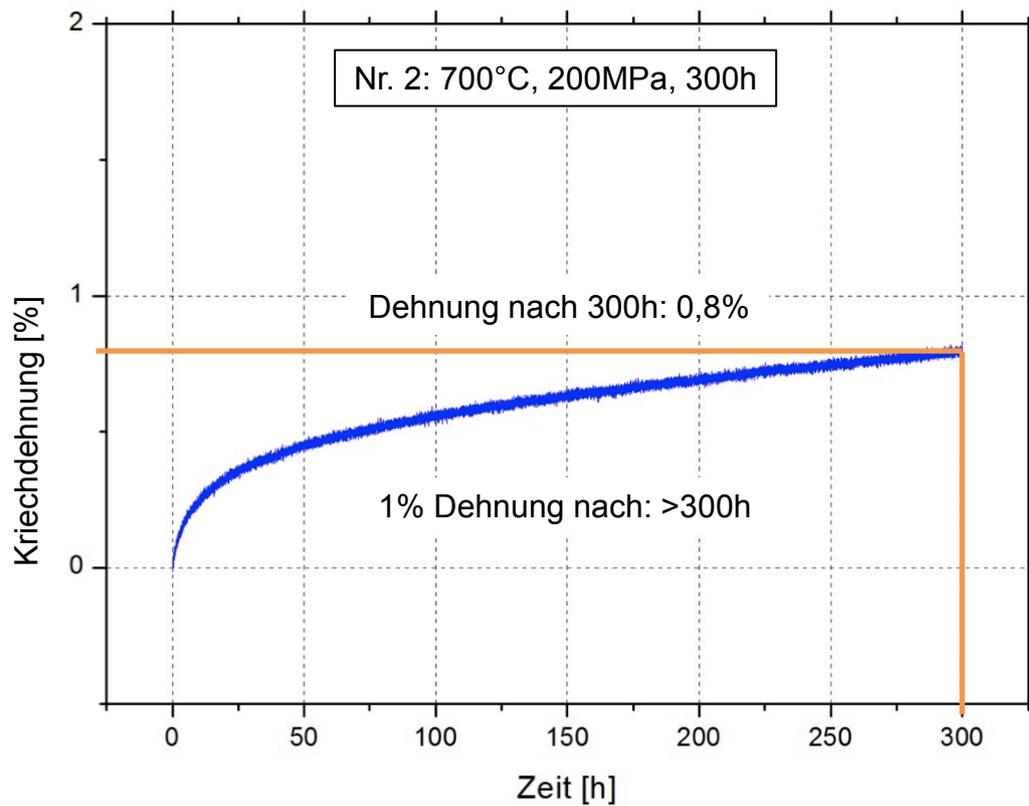
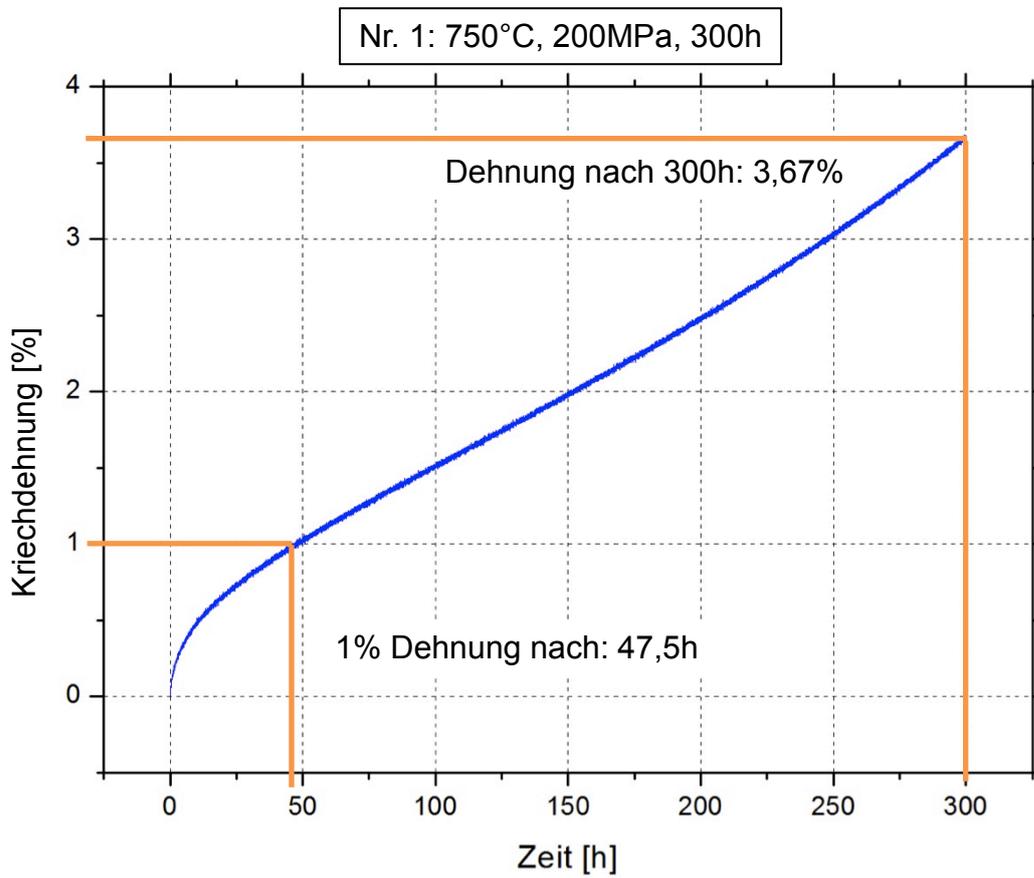
Zugprobe DIN 50125 – B 14 × 70

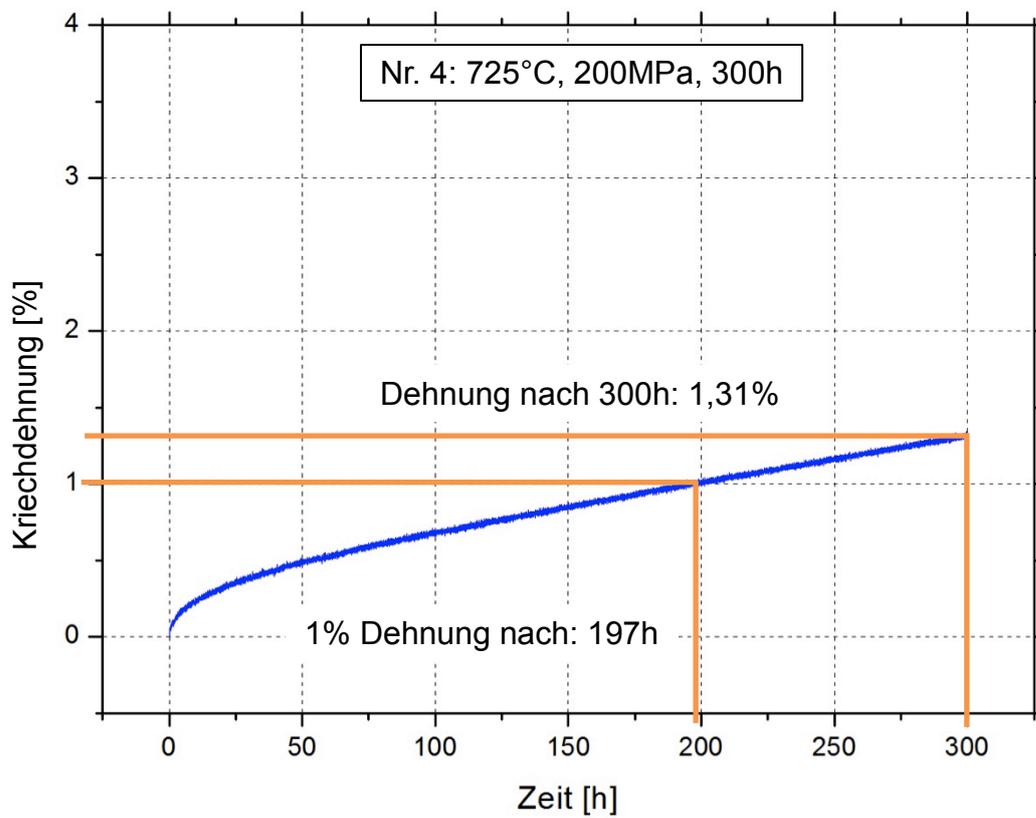
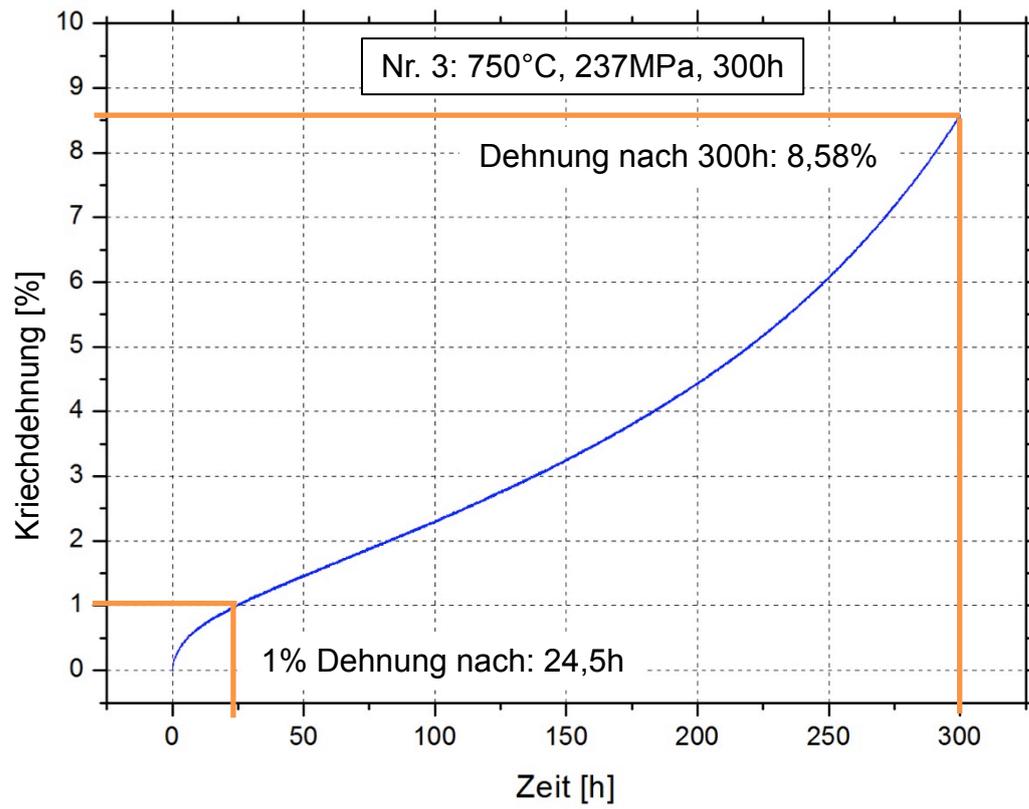
Tabelle 3 — Beispiele für Maße von Zugproben Form B

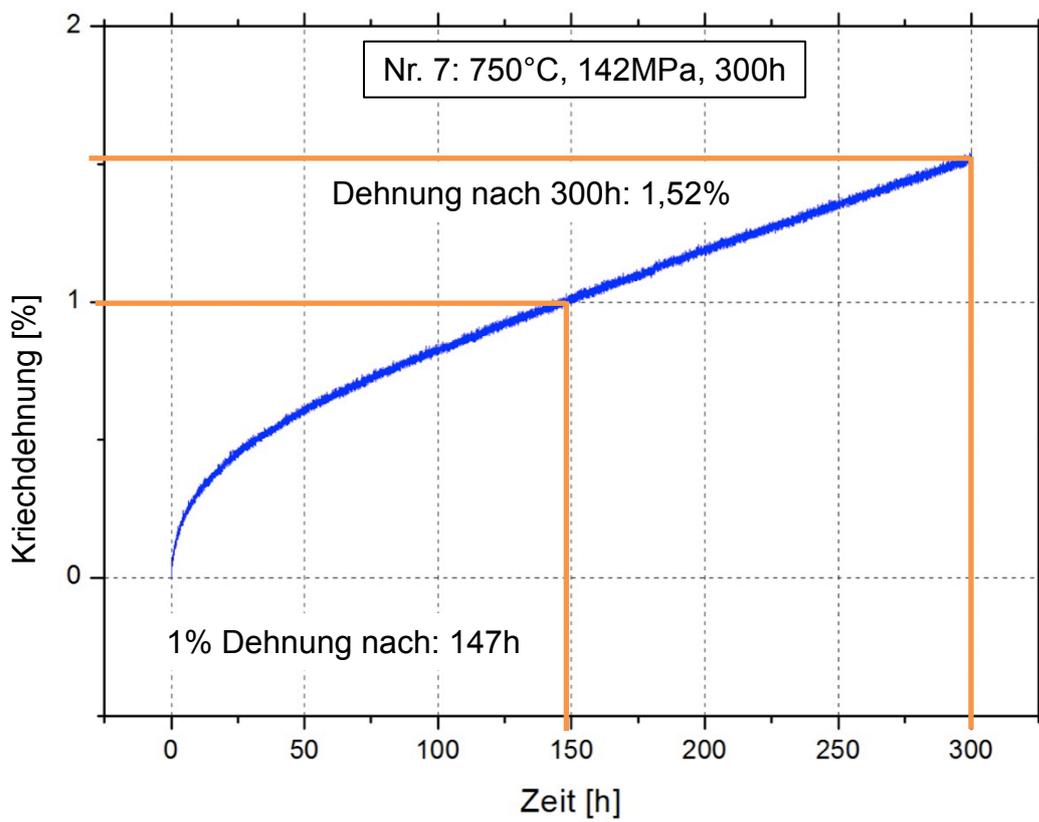
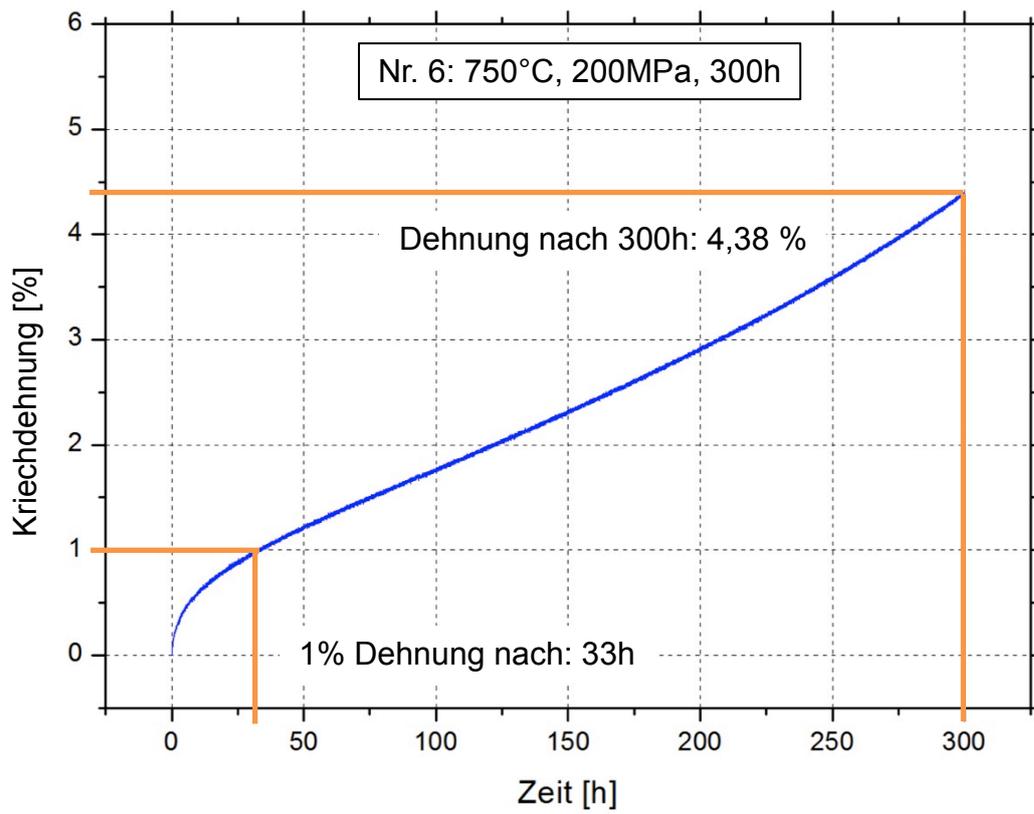
Maße in Millimeter

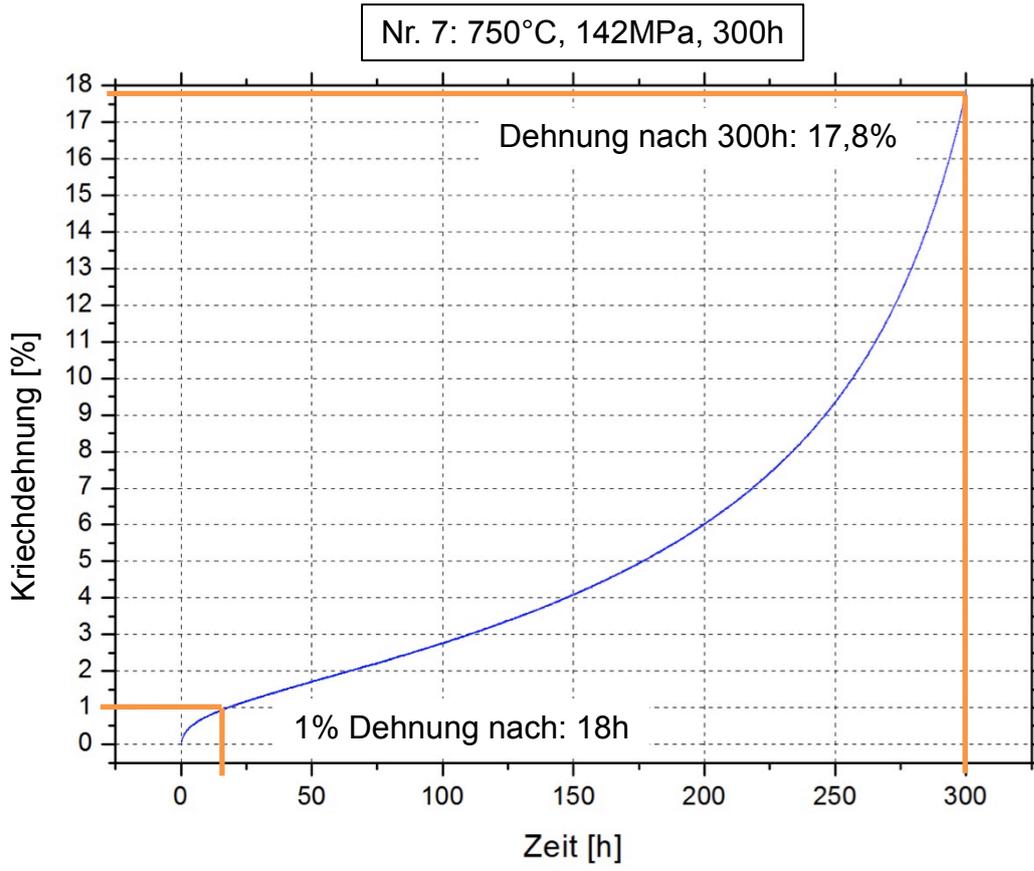
| d_0 | L_0 | d_1 | r min. | h min. | L_c min. | L_t min. |
|-------|-------|-------|-------------|-------------|---------------|---------------|
| 4 | 20 | M6 | 3 | 6 | 24 | 41 |
| 5 | 25 | M8 | 4 | 7 | 30 | 51 |
| 6 | 30 | M10 | 5 | 8 | 36 | 60 |
| 8 | 40 | M12 | 6 | 10 | 48 | 77 |
| 10 | 50 | M16 | 8 | 12 | 60 | 97 |
| 12 | 60 | M18 | 9 | 15 | 72 | 116 |
| 14 | 70 | M20 | 11 | 17 | 84 | 134 |
| 16 | 80 | M24 | 12 | 20 | 96 | 154 |
| 18 | 90 | M27 | 14 | 22 | 108 | 173 |
| 20 | 100 | M30 | 15 | 24 | 120 | 191 |
| 25 | 125 | M33 | 20 | 30 | 150 | 234 |

Anhang D: Kriechkurven









Anhang E: Veröffentlichung, die im Rahmen der Diplomarbeit entstanden ist

Andrea Gaitzenauer, Martin Müller, Helmut Clemens, Patrick Voigt, Robert Hempel & Svea Mayer

Eigenschaftsoptimiertes Warmumformen einer intermetallischen Titanaluminid-Legierung

Berg- und Hüttenmännische Monatshefte
BHM (2012) Vol. 157 (8–9): 319–322

Eigenschaftsoptimiertes Warmumformen einer intermetallischen Titanaluminid-Legierung

Andrea Gaitzenauer¹, Martin Müller¹, Helmut Clemens¹, Patrick Voigt², Robert Hempel², Svea Mayer¹

¹Department Metallkunde und Werkstoffprüfung, Montanuniversität Leoben, Leoben, Österreich

²Titanium Solutions GmbH, Bremen, Deutschland

Eingegangen am 19. Juni 2012; angenommen am 22. Juni 2012; online publiziert am 31. August 2012

Zusammenfassung: Die steigenden Anforderungen an Werkstoffe in Verbrennungsmotoren führen zum Einsatz innovativer Hochtemperaturleichtbauwerkstoffe mit geringer Dichte und hoher spezifischer Festigkeit bei hohen Temperaturen. Dieser Werkstoffklasse gehören auch intermetallische Titanaluminide an. Es handelt sich dabei um mehrphasige TiAl-Legierungen, deren komplexer Aufbau aus γ -TiAl, α_2 -Ti₃Al und einem geringen Anteil an β_0 -TiAl Phase besteht. Durch gezielte Kombination von Wärmebehandlung und Warmumformung werden die mechanischen Eigenschaften optimiert, was vor allem auf den geringeren lamellaren Abstand innerhalb der α_2 -Kolonien zurückzuführen ist. Die Untersuchungen der mechanischen Kennwerte aus Warmzug- und Kriechversuchen weisen auf das hohe Potential der intermetallischen Titanaluminide hin.

Schlüsselwörter: Intermetallische Werkstoffe, TiAl, Herstellung, Warmumformen, Mikrostruktur, Mechanische Eigenschaften

Property optimized hot-forming process for intermetallic titanium aluminides

Abstract: The demand of advanced light-weight high-temperature materials with a low density and good specific high-temperature strength for the application in advanced combustion engines leads to the implementation of intermetallic titanium aluminides. These TiAl-based alloys are multi-phase alloys consisting of γ -TiAl, α_2 -Ti₃Al and low volume fractions of β_0 -TiAl phase. In the present

work a new processing route was established which comprises a combination of heat-treatment and hot-forging to improve the mechanical properties. The observed increase in strength can be attributed to a small lamellar spacing within the α_2 -colonies. In order to analyze phase fractions and to determine mechanical properties X-ray diffraction measurements, hardness tests as well as tensile and creep tests were conducted.

Keywords: Intermetallic Materials, TiAl, Processing Route, Hot-Forming, Microstructure, Mechanical Properties

1. Einleitung

In den letzten Jahren stieg die Nachfrage nach innovativen Hochtemperaturwerkstoffen infolge aktueller Themen der Umwelt- und Energiepolitik an. Statistik Austria [1] erstellte für das Jahr 2009 eine Aufstellung der Emissionen von Stickoxiden (NO_x), verursacht durch gebietsansässige und nicht gebietsansässige Einheiten, in der ca. 8.000 t pro Jahr dem Flugverkehr und ca. 19.300 t pro Jahr dem Landverkehr zuzuordnen sind (zu berücksichtigen ist hier natürlich auch der Effekt der ständig steigenden Anzahl an Automobilen, vor allem in China und Indien, die durch ihren wirtschaftlichen Aufschwung überproportional zur Emissionserhöhung beitragen). Allein dem Flugverkehr wird ein signifikanter Anteil an dem durch den Menschen verursachten Klimawandel zugeschrieben [2]. Um diesen künstlich erzeugten Effekt entgegenzuwirken, werden zunehmend internationale Programme auf politischer, technischer und wissenschaftlicher Ebene gestartet. Besonders die Verordnungen der Europäischen Union (EU) sehen strenge Grenzen bei den erlaubten Emissionen von Verbrennungsmotoren vor. Im Vordergrund steht dabei eine deutliche Reduktion an schädlichen Treibhausgasen. Die Verordnung Euro 6 (September 2014) der EU

Dipl. Ing. A. Gaitzenauer (✉)
 Department Metallkunde und Werkstoffprüfung,
 Montanuniversität Leoben, Roseggerstraße 12,
 8700 Leoben, Österreich
 E-Mail: andrea.gaitzenauer@unileoben.ac.at

Originalarbeit

hat zum Ziel: „...die durch Straßenfahrzeuge verursachten Umwelt- und Gesundheitsbelastungen so weit wie möglich zu begrenzen, und erstreckt sich daher auf eine Vielzahl verschiedener Schadstoffemissionen: Kohlenmonoxid (CO), Masse der Nichtmethankohlenwasserstoffe und Massen der gesamten Kohlenwasserstoffe, Stickstoffoxide (NO_x) und Partikelmasse (PM). ... Für alle mit Dieselmotor ausgerüsteten Fahrzeuge besteht die Verpflichtung, die Stickstoffoxidemissionen ab dem Inkrafttreten der Euro-6-Norm erheblich zu verringern. Die Emissionen aus Personenwagen und anderen der Personen- und Güterbeförderung dienenden Kraftfahrzeugen werden auf 80 mg/km begrenzt (dies entspricht einer Verringerung um weitere 50 % gegenüber der Norm Euro 5). Die Summe der Kohlenwasserstoff- und der Stickstoffoxidemissionen aus Dieselfahrzeugen wird ebenfalls abgesenkt und beispielsweise bei Personenwagen und sonstigen für Beförderungsaufgaben bestimmten Fahrzeugen auf 170 mg/km begrenzt. ...“ [3].

Um den oben genannten Anforderungen gerecht zu werden, geht man im Leichtbau neue Wege in Richtung Entwicklung innovativer Hochtemperaturwerkstoffe mit funktionalen Beschichtungssystemen. Zu diesen Werkstoffen zählen auch intermetallische TiAl-Legierungen, die bereits im Flugzeugtriebwerksbau als Schaufelwerkstoff in der Niederdruckturbine, als auch in der Automobilindustrie als Ventile und Turboladerlaufräder eingesetzt werden [4–6]. Die in dieser Arbeit untersuchte TiAl-Legierung, eine sogenannte TNM™-Legierung, wurde in ihrer chemischen Zusammensetzung so konzipiert, dass die Erstarrung über die β -Phase erfolgt. Der relativ hohe Anteil an duktiler β -Phase (kubisch-raumzentrierte Kristallstruktur) bei Umformtemperatur führt zu einer guten Warmumformbarkeit des Werkstoffs [7]. Ein weiterer Schritt zur Verbesserung dieser Werkstoffklasse stellt die Optimierung der Prozessroute dar, wodurch in dieser Arbeit der Schwerpunkt auf das eigenschaftsoptimierte Schmieden gelegt wird.

2. Experimentelles

Die untersuchte TNM™-Legierung weist eine nominelle Zusammensetzung von Ti-43.5Al-4Nb-1Mo-0.1B (in Atom-

prozent) auf und gehört bereits der dritten Legierungsgeneration an. Die Abkürzung TNM™ lässt sich aus den Initialen von Titanaluminid, Niob und Molybdän ableiten [8]. Die schmelzmetallurgische Herstellung des TNM™-Ingots erfolgte durch ein- oder mehrfaches Vakuum-Lichtbogenumschmelzen in einem Skull Melter (SM). Zusätzlich induzierter Strom im SM-Tiegel bewirkt eine Durchmischung der Schmelze, was zu einer Verbesserung der chemischen Homogenität führt. Danach wird der Tiegel mit der darin befindlichen Schmelze gekippt und der Inhalt mittels Schleuderguss in zylindrische Formschalen abgegossen. Ein typisches Gussgefüge ist in Abb. 1a dargestellt. Das Gussgefüge besteht aus feinlamellaren α_2/γ -Kolonien, die von einem β_2 -TiAl-Saum umgeben sind (siehe Kapitel 3). Dieses Verfahren hat im Gegensatz zu anderen Verfahren, wie z. B. dem VIM (Vacuum Induction Melting, Vakuum-Induktionsschmelzen), eine wesentlich bessere Energieeffizienz [9]. Im Anschluss wurde dieses Gefüge noch heiß-isostatisch gepresst (HIP), um eine etwaige Gussporosität zu schließen.

Für den darauffolgenden Umformprozess führte man am Rohling eine Wärmebehandlung im Hochtemperaturofen des Typs LF 60/40 der Firma Nabertherm, Deutschland, durch. Der Rohling wurde dabei bis ins ($\alpha + \beta$) Zweiphasengebiet erwärmt und isotherm gehalten. Danach erfolgte eine schnelle Umformung im Gesenk mit rascher, kontrollierter Abkühlung der Schmiederonde auf Raumtemperatur.

Zur Aufbereitung der Mikrostruktur wurden die Proben anhand einer metallografischen Standardmethode [10] präpariert und im Rasterelektronenmikroskop (REM) des Typs EVO 50 der Firma Zeiss, Deutschland, mittels Rückstreuerelektronen sowie im Lichtmikroskop (LIM) des Typs Axio Imager.M1m der Firma Zeiss, Deutschland, untersucht. Im REM kommt der Kontrast im Rückstreuerelektronenbild zur Identifizierung der einzelnen Phasen durch die unterschiedliche Ordnungszahl zustande. Elemente mit einer höheren Ordnungszahl erscheinen heller, da eine größere Anzahl von Elektronen rückgestreut wird. Somit erscheint die geordnete β_2 -TiAl Phase (B2 Struktur) mit der höchsten Konzentration an Nb und Mo am hellsten und die geordnete γ -TiAl Phase (L1₀ Struktur) mit dem höchsten Anteil an Al am dunkelsten. Die ebenfalls geordnete α_2 -Ti₃Al Phase (D0₁₉ Struktur) liegt vom Grauwert her in

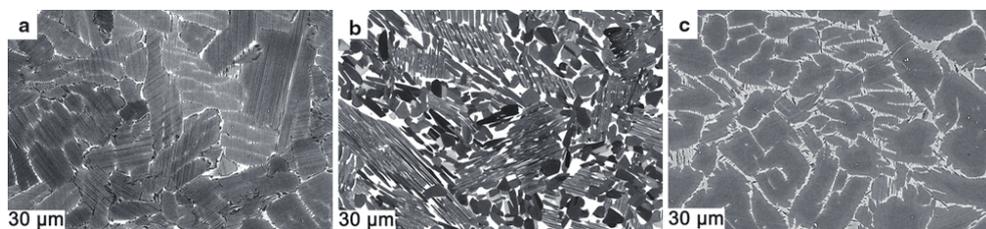


Abb. 1: a Repräsentatives Gefüge einer Ti-43.5Al-4Nb-1Mo-0.1B-Legierung, wie es nach dem Schleuderguss vorliegt; b Gefüge nach dem heiß-isostatischen Pressen. Dieser Werkstoffzustand wird für den War-

mumformprozess verwendet; c Gefüge nach der Warmumformung und kontrollierten Abkühlung auf Raumtemperatur. REM-Aufnahmen, die im Elektronen-Rückstreumodus aufgenommen wurden.

der Mitte der beiden anderen Phasen. Die Bestimmung der Phasenanteile erfolgte über ein Röntgendiffraktometer des Typs Advance D8 der Firma Bruker, USA. Die dabei erhaltenen Diffraktogramme wurden mittels Rietveld-Analyse ausgewertet [11, 12]. Hierzu wurde die Software DIFFRAC^{plus} TOPAS verwendet, die ebenfalls von der Firma Bruker, USA, stammt.

Die einachsigen Zugversuche wurden vom Materials Center Leoben Forschung GmbH (MCL) an Proben aus heiß-isostatisch gepresstem Grundmaterial nach DIN EN 10002-5:1992-02 durchgeführt. Auf einer Messlänge von 30 mm nimmt der Durchmesser 6 mm ein; diese wurden nach DIN 50125:2009-07 gefertigt. Als Prüfmaschine diente eine Universalprüfmaschine des Typs Z250 der Firma Zwick Roell, Deutschland. Um eine Temperatur von 700 °C, 750 °C bzw. 800 °C zu erlangen, wurde ein Hochtemperaturofen des Typs HTO-13 1000°C OFEN der Firma Maytec, Deutschland, eingesetzt. Die Zugproben wurden mit einer Prüfgeschwindigkeit von 1 mm/min beansprucht.

Für die Kriechversuche kamen Kriechprüfstände des Typs Mayes TC 30 und TC 50 zum Einsatz. Die Kriechversuche wurden an Proben mit einer Messlänge von 30 mm und einem Durchmesser von 6 mm nach ASTM E 139 - 06 bei einer Temperatur von 750 °C und einer konstanten Last von 200 MPa durchgeführt. Die Proben temperatur wurde in einem Dreizonenofen eingestellt und die Dehnungsmessung erfolgte mittels Extensiomergestänge.

3. Ergebnisse und Diskussion

Das Ausgangsgefüge für die Warmumformung, wie es nach dem HIP-Prozess vorliegt, ist in Abb. 1b dargestellt. Das Gefüge entstand durch folgenden Erstarrungs- und Umwandlungspfad $L \rightarrow L+\beta \rightarrow \beta \rightarrow \alpha+\beta \rightarrow \alpha+\beta+\gamma \rightarrow \alpha+\beta_0+\gamma \rightarrow \alpha_2+\beta_0+\gamma$. Die Mikrostruktur weist lamellare α_2/γ -Kolonien mit breitem Lamellenabstand auf, die von β_0 -TiAl und γ -TiAl Körnern umgeben sind. Während des HIP-Prozesses kommt es zu einer deutlichen Verbreiterung des Lamellenabstands sowie zur Ausscheidung von γ -TiAl Körnern aus dem β_0 -Saum (vgl. Abb. 1a mit Abb. 1b), dies wird in [13] beschrieben.

Im Gegensatz dazu sind im umgeformten Gefüge (Abb. 1c) sehr feine Lamellen in den α_2/γ -Kolonien vorhanden. Der β_0 -Saum umschließt gleichmäßig die Kolonien. In dem Saum befinden sich feine γ -TiAl Körner und der glouolare Anteil, wie er nach dem HIP-Prozess vorliegt, verschwindet. Die Struktur des ursprünglichen Gussgefüges wird beibehalten, jedoch mit wesentlich feineren Lamellen (vgl. Abb. 1a mit Abb. 1c).

Durch die Wärmebehandlung im $(\alpha+\beta)$ Phasengebiet wird für die anschließende Umformung ein hoher Volumenanteil an ungeordneter, duktiler β -Phase eingestellt, welcher eine gute Verformbarkeit gewährleistet [7]. Ein geschmiedetes Musterstück ist in Abb. 2 dargestellt. Die Besonderheit der Herstellroute lässt sich durch die Mikrostruktur (Abb. 1c) erklären. Diese verursacht auch die sehr guten Kriecheigenschaften und Festigkeiten, auf die weiter unten eingegangen wird.

Abb. 2: Musterteil, welches mittels Warmumformung aus der TNMTM-Legierung hergestellt wurde.

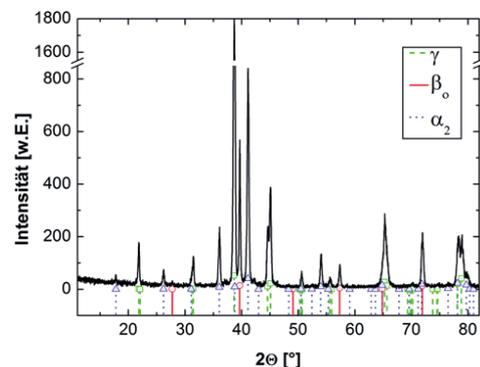


Abb. 3: Diffraktogramm einer Probe, die dem in Abb. 2 dargestellten Musterstück entnommen wurde. Die Positionen der hkl -Reflexe der vorkommenden Phasen sind eingefügt.

Röntgenuntersuchungen mit anschließender Rietveldanalyse, die an dem warmumgeformten Gefüge aus Abb. 1c durchgeführt wurden, ergaben einen Phasenanteil von 13.9 Vol.% für β_0 -TiAl, 31.7 Vol.% für α_2 -TiAl und 54.4 Vol.% für γ -TiAl. Das für die Auswertung zugrundeliegende Diffraktogramm mit den hkl -Positionen der Reflexe der auftretenden Phasen gibt Abb. 3 wieder. Mit quantitativer Metallographie konnte nur der β_0 -Phasenanteil mit 11.2 Vol.% bestimmt werden, da die feinen Lamellen der α_2/γ -Kolonien keine getrennte Auflösung von α_2 und γ zulassen. Unter Berücksichtigung der Fehlergröße der verwendeten Messmethoden, erhält man eine gute Übereinstimmung bezüglich der vorliegenden β_0 -Phase.

Die ermittelten Zugversuchsdaten sind in Tab. 1 zusammengefasst. Die bei Raumtemperatur ermittelte Festigkeit fällt mit steigender Temperatur, erreicht aber bei 800 °C dennoch eine spezifische Streckgrenze von ca. 130 MPa_{cm³/g}, bei einer Dichte von 4.16 g/cm³.

Um eine Abschätzung über die Kriechfestigkeit zu erhalten, wurden erste orientierende Kriechversuche bei einer Temperatur von 750 °C mit einer Belastung von 200 MPa durchgeführt. Dabei zeigt sich, dass eine Kriechdehnung von 1 % nach ca. 40 Stunden vorliegt. Nach 300 Stunden Kriechbelastung betrug die Dehnung ca. 4 %. Dies entspricht einer Kriechrate von ca. $3 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$. Des Weiteren soll an dieser Stelle erwähnt werden, dass die Ergebnisse von den Kriechversuchen, nur eine geringe Abweichung

Originalarbeit

TABELLE 1:
Mechanische Eigenschaften der warmumgeformten Ti-43.5Al-4Nb-1Mo-0.1B-Legierung, die aus Zugversuchen bei unterschiedlichen Temperaturen ermittelt wurden. Das dazugehörige Gefüge ist in Abb. 1c dargestellt

| Temperatur [°C] | E-Modul [GPa] | R _{p0.2} [MPa] | R _m [MPa] | A [%] |
|-----------------|---------------|-------------------------|----------------------|-------|
| RT | 157 | 848 | 895 | 0,3 |
| 700 | 132 | 590 | 727 | 0,5 |
| 750 | 125 | 557 | 776 | 0,9 |
| 800 | 114 | 545 | 685 | 0,8 |

im Kriechverhalten zeigten, was auf eine gute Stabilität und Reproduzierbarkeit hinweist.

4. Zusammenfassung

Für die intermetallische TNM™-Legierung mit der Zusammensetzung Ti-43.5Al-4Nb-1Mo-0.1B wurde eine Prozessroute mit eigenschaftsoptimierten Warmumformen entwickelt. Das umgeformte Gefüge zeigt die typischen Merkmale einer Gussstruktur. Durch den kontrollierten Abkühlvorgang nach der Warmumformung ist der Lamellenabstand in den α_2/γ -Kolonien sehr fein; dies wirkt sich positiv auf die Zug- und Kriechfestigkeit aus.

5. Danksagung

Ein Teil der Untersuchungen wurde im Rahmen des Research Studio Austria „energy drive“ (Projekt 832040) durchgeführt, welches von der Österreichischen Forschungsförderungsgesellschaft (FFG) finanziell gefördert wird.

Literatur

1. Statistik Austria, Luftemissionsrechnung für 2008-2009: Ergebnisse für Wirtschaftsbereiche und private Haushalte, www.statistik.at (29. Mai 2012)
2. Intergov. Panel on Climate Change – Aviation and the Global Atmosphere, Cambridge University Press, New York, USA (1999)
3. Europäische Union Gesetzgebung, Verringerung der Schadstoffemissionen von leichten Kraftfahrzeugen, http://europa.eu/legislation_summaries/environment/air_pollution/index_de.htm (1. Juni 2012)
4. Clemens, H.; Smarsly, W.: Light-weight intermetallic titanium aluminides – Status of research and development, *Advanced Materials Research*, 278 (2011), S. 551–556
5. Baur, H.; Wortberg, D.B.; Clemens, H.: Titanium alloys for automotive applications, in: Kim, Y.-N.; Clemens, H.; Rosenberger, A.H. (Hrsg.): *Gamma Titanium Aluminides 2003*, TMS, Warrendale, USA, 2003
6. Tetsui, T.: Gamma Ti aluminides for non-aerospace applications, *Solid State and Materials Science* 4 (1999), S. 243–248
7. Wallgram, W.; Clemens, H.; Kremmer, S.; Otto, A.; Güther, V.: Hot-die forging of a β -stabilized γ -TiAl based alloy, in: *Materials Research Society Symposium Proceedings, 2008 MRS Fall Meeting, Boston, 2008*, S. 109–114
8. Clemens, H.; Wallgram, W.; Kremmer, S.; Güther, V.; Otto, A.; Bartels, A.: Design of Novel β -Solidifying TiAl Alloys with Adjustable β /B2-Phase Fraction and Excellent Hot-Workability, *Advanced Engineering Materials* 10 (2008), S. 707–713
9. Gesellschaft für Elektrometallurgie mbH: *Gamma Titanaluminid*, www.gfe.com (01. Juni 2012)
10. Schloffer, M.; Schmoelzer T.; Mayer S.; Schwaighofer E.; Hawranek G.; Schimansky F.-P.; Pyczak F.; Clemens H.: Charakterisierung einer pulvermetallurgisch hergestellten TNM™-Titanaluminid-Legierung mittels komplementärer quantitativer Methoden, *Practical Metallography* 48 (2011), S. 594–604
11. McCusker L.B.; Von Dreele R.B.; Cox D.E.; Louër D.; Scardi P.: Rietveld refinement guidelines, *Journal of Applied Crystallography* 32 (1999), S. 36–50
12. Schmoelzer T.; Liss K.D.; Zickler G. A.; Watson I. J.; Droessler L. M.; Wallgram W.; Buslaps T.; Studer A.; Clemens H.: Phase fractions, transition and ordering temperatures in TiAl-Nb-Mo alloys: An in- and ex-situ study, *Intermetallics* 18 (2010), S. 1544–1552
13. Clemens H.; Mayer S.: Intermetallische γ -Titanaluminid-Basislegierungen aus metallographischer Sicht – eine Fortsetzung, *Practical Metallography* 48 (2011), S. 64–100