

Montanuniversität Leoben

**Charakterisierung einer  $\beta$ -erstarrenden  
 $\gamma$ -Titanaluminid Basislegierung  
für Strahltriebwerksanwendungen**



Diplomarbeit

**Wilfried Wallgram**

Leoben, Juni 12

Die vorliegende Arbeit wurde am Department Metallkunde und Werkstoffprüfung der Montanuniversität Leoben unter der Leitung von Herrn Prof. Helmut Clemens in Kooperation mit Böhler Schmiedetechnik GmbH & Co KG in Kapfenberg, Österreich, durchgeführt.

### **Eidesstattliche Erklärung:**

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

Leoben, Juni 2009



(Wilfried Wallgram)

## Danksagung

An erster Stelle gilt mein Dank Herrn Prof. DI Dr. mont. Helmut Clemens für die Aufgabenstellung zur Durchführung dieser Diplomarbeit und für das große Vertrauen welches er mir in der gesamten Zeit der Durchführung der Diplomarbeit und darüber hinaus entgegen gebracht hat. Seine fachliche Unterstützung und die Möglichkeit nahezu jederzeit mit einem Anliegen auf ihn zuzugehen, trugen wesentlich zum Gelingen dieser Arbeit bei.

Herrn DI Dr. mont. Harald F. Chladil möchte ich für die Betreuung der Diplomarbeit danken. Er öffnete mir die Tür, um auf diesem Gebiet arbeiten zu können. Sein großes Praxiswissen sowie die Unterweisung in verschiedensten experimentellen Methodiken und Auswerteverfahren erleichterten die Durchführung der Arbeit um ein Vielfaches.

Bei allen Mitarbeitern des Departments für Metallkunde und Werkstoffprüfung möchte ich mich für die vielen schönen Stunden, die ich in meiner Zeit am Institut mit ihnen verbringen durfte, herzlich bedanken. Besonderer Dank gilt dabei meinen ehemaligen Bürokollegen DI Ronald Schnitzer, DI Michael Schober und DI Michael Zuber. Herrn Gerhard Hawranek gilt der Dank für die Durchführung einer Vielzahl von Mikrostrukturanalysen am Rasterelektronenmikroskop, die in ihrer Qualität seinesgleichen suchen.

Dank gilt Herrn DI Dr. mont. Sascha Kremmer und DI Dr. techn. Martin Stockinger die durch die firmenseitige Themenstellung diese Arbeit ermöglichten und mir darüber hinaus die Gelegenheit boten nun auf diesem Gebiet bei Böhler Schmiedetechnik GmbH & Co KG weiterzuarbeiten.

Meinen Brüdern Richard und Peter und vor allem meinen Eltern Marlene und Wolfgang gebührt Dank für den großen familiären Rückhalt den ich immer spüren durfte sowie deren Unterstützung während der gesamten Zeit meines Studiums. Meinem Vater möchte ich noch für die Inspiration danken eine Ausbildung auf dem Gebiet der Werkstoffwissenschaften durchzuführen.

Bei meiner Freundin Marlies möchte ich mich besonders für die Liebe und die Kraft, die Sie mir schenkt, bedanken.

# Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis .....	i
Abkürzungsverzeichnis.....	iii
1. Einleitung.....	1
2. Theoretische Grundlagen .....	3
2.1. Metallkundlicher Überblick .....	3
2.1.1. Das binäre Ti-Al- Phasensystem.....	3
2.1.2. Mikrostrukturmodifikationen .....	5
2.1.3. Mechanische und physikalische Eigenschaften.....	8
2.1.4. Einfluss ternärer Legierungselemente .....	10
2.2. Herstellung und Verarbeitung.....	10
2.3. $\beta$ -erstarrende Titanaluminium Legierungen .....	12
2.3.1. Erstarrung und Festphasenumwandlung .....	12
2.3.2. Verformungsmechanismen bei Kalt- und Warmumformung .....	14
3. Experimentelles .....	16
3.1. Legierungskonstitution und untersuchtes Material .....	16
3.2. Mikrostrukturuntersuchungen.....	18
3.2.1. Probenpräparation .....	18
3.2.2. Rasterelektronenmikroskopie.....	19
3.3. Wärmebehandlungen im Laborofen .....	20
3.4. Umformversuche am Dilatometer.....	21
3.4.1. Ermittlung der Fließkurven .....	23
3.5. Röntgendiffraktometrie .....	25
3.6. Texturmessungen.....	26
3.7. Härtemessungen .....	27
4. Ergebnisse und Diskussion .....	28
4.1. Bestimmung der Umwandlungstemperaturen .....	28
4.2. Mikrostrukturuntersuchung des Ausgangszustandes.....	29
4.2.1. Charakterisierung des Gussgefüges.....	29
4.2.2. Charakterisierung des Gefüges nach dem Strangpressen .....	31
4.3. Mikrostrukturuntersuchungen an großtechnisch umgeformten Proben .....	32
4.3.1. Beschreibung und Beurteilung der Gefügebestandteile.....	32
4.3.2. Mikrostruktur nach dem Stauchen .....	33
4.3.3. Mikrostruktur nach dem Flachdrücken .....	34
4.3.4. Beurteilung der Randzone der geschmiedeten Proben .....	36
4.3.5. Risse in geschmiedeten Proben .....	37

4.4.	Wärmebehandlungsversuche an geschmiedeten Proben.....	38
4.4.1.	Variation der Wärmebehandlungstemperatur bis $T_{\alpha}$ .....	39
4.4.2.	Variation der Wärmebehandlungstemperatur über $T_{\alpha}$ .....	41
4.4.3.	Variation der Haltezeit.....	43
4.5.	Zweistufige Wärmebehandlungen.....	45
4.5.1.	Langzeitglühungen in der Höhe der Einsatztemperatur.....	46
4.6.	Kleintechnische Versuche am Umformdilatometer .....	47
4.6.1.	Beschreibung der Fließkurven .....	47
4.6.2.	Temperaturabhängigkeit der Fließkurven .....	48
4.6.3.	Geschwindigkeitsabhängigkeit der Fließkurven.....	50
4.6.4.	Positionsabhängigkeit der Fließkurven .....	51
4.7.	Veränderung der Phasenanteile.....	52
4.7.1.	Phasenanteile in Abhängigkeit der Fertigungsschritte .....	52
4.7.2.	Phasenanteile als Funktion Wärmebehandlungstemperatur .....	53
4.8.	Texturmessungen mittels Neutronen .....	56
4.9.	Mechanische Eigenschaften .....	57
4.9.1.	Zugversuchsdaten.....	58
4.9.2.	Kriechdaten .....	59
5.	Zusammenfassung.....	61
6.	Literaturverzeichnis .....	63
7.	Anhang .....	v
7.1.	Veröffentlichung 1 .....	vi
7.2.	Veröffentlichung 2 .....	xviii
7.3.	Veröffentlichung 3 .....	xxv
7.4.	Veröffentlichung 4 .....	xxxii

## Abkürzungsverzeichnis

$\Delta E$	freiwerdende thermische Energie [J]
AC	Luftabkühlung (engl. air cooling)
at.%	Atomprozent
BSE	Rückstreuelektronen (engl.: back-scattered electron)
DSC	Dynamische Differenz Kalorimetrie (engl.: differential scanning calorimetry)
$\varepsilon$	Dehnung [%]
$\dot{\varepsilon}$	Dehnrate [ $s^{-1}$ ]
E	Elastizitätsmodul [GPa]
EBM	Elektronenstrahl-Schmelzen (engl.: electron beam melting)
EBSD	Elektronenrückstreubeugung (engl.: electron back-scattered diffraction)
EDX	Energiedispersive Analyseeinheit (engl.: energy diffraction x-ray)
F	Kraft [N]
FEM	Finite Elemente Methode
FC	Ofenabkühlung (engl.: furnace cooling)
FL	volllamellar ausgebildete Mikrostruktur (engl.: fully lamellar)
gew.%	Gewichtsprozent
HR	Heizrate
HT	Hochtemperatur
HV	Vickers-Härte
$\varphi$	Umformgrad [-]
$\dot{\varphi}$	Umformrate [ $s^{-1}$ ]
$k_f$	Fließspannung [MPa]
$k_{f,max}$	maximale Fließspannung [MPa]
krz	kubisch-raumzentriert
L	Schmelze [engl.: liquid]
LIMI	Lichtmikroskop

$L_0$	Ausgangslänge [mm]
$L_1$	Endlänge [mm]
NL	nahezu volllamellar ausgebildete Mikrostruktur (engl.: nearly lamellar)
OP-S	Kolloidales Siliziumoxid
PAM	Plasma-Umschmelzen (engl.: plasma arc melting)
$P_{LM}$	Larson-Miller Plot
$\rho$	Dichte [ $\text{gcm}^{-3}$ ]
R	Radius-Position im Strangquerschnitt
REM	Rasterelektronenmikroskop
RT	Raumtemperatur
t	Zeit [s]
T	Temperatur [ $^{\circ}\text{C}$ ]
$T_{\alpha}$	$\alpha$ -Transustemperatur [ $^{\circ}\text{C}$ ]
$T_{\beta}$	$\beta$ -Transustemperatur [ $^{\circ}\text{C}$ ]
TEM	Transmissionselektronenmikroskop
$T_{eu}$	eutektoide Umwandlungstemperatur [ $^{\circ}\text{C}$ ]
TiAl	Titanaluminid
TNB	Titanaluminid Legierungen mit hohem Nb-Gehalt
TNM	Titanaluminid Legierungen mit hohem Nb und Mo Gehalt
v	Umformgeschwindigkeit [ $\text{mms}^{-1}$ ]
VAR	Vakuum-Lichtbogenumschmelzen (engl.: vacuum arc re-melting)
vol. %	Volumsprozent
XRD	Röntgenbeugung (engl.: X-ray diffraction)
XRF	Röntgenfluoreszenz (engl. X-ray fluorescence)
Z	Zentrums-Position im Strangquerschnitt

## 1. Einleitung

Wenn man derzeit Berichterstattungen in den Medien verfolgt, gibt es ein Thema das immer wieder auftaucht – der Klimawandel. Dabei gilt als eine der Hauptursachen das wachsende Verkehrsaufkommen und damit verbunden der erhöhte Gehalt an Kohlendioxid in der Atmosphäre. Durch die gesellschaftspolitische Relevanz dieses Themas versucht die Flugzeug- und Automobilindustrie nun schon seit längerem mit neuen Technologien auf diese Problematik zu reagieren. Eine Möglichkeit zur Reduktion des Kraftstoffverbrauchs, und damit zur Verringerung des CO<sub>2</sub> Ausstoßes, besteht darin am Gewicht der beweglichen Bauteile in Verbrennungskraftmaschinen zu sparen. Bei einer äquivalenten Leistungsfähigkeit der jeweiligen Maschine kann dies nur dadurch ermöglicht werden, dass die Materialien die den derzeitigen Stand der Technik darstellen durch Materialien ersetzt werden, welche bei gleich bleibenden Eigenschaften eine geringere Dichte aufweisen. Darum gibt es bei den Herstellern von Strahltriebwerken derzeit starke Bestrebungen Nickel-Basislegierungen durch intermetallische  $\gamma$ -Titanaluminiumlegierungen, die nur die Hälfte der Dichte von Superlegierungen aufweisen, als Turbinenschaufelwerkstoff zu ersetzen.

Konventionelle  $\gamma$ -Titanaluminiumlegierungen weisen einen Al-Gehalt von 45-48 at.% auf und bestehen hauptsächlich aus den intermetallischen Phasen  $\gamma$ -TiAl und  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al [1]. Die stark kovalenten Bindungsanteile dieser Ordnungsphasen und die daraus resultierenden Gitterstrukturen führen zu hohen spezifischen Festigkeitswerten, die erst ab Temperaturen von ca. 800°C stark absinken. Durch die Variation des Al-Gehalts und die Zugabe weiterer Legierungselemente, sowie durch verschiedene thermomechanische Verfahren und Wärmebehandlungen, bieten sich viele Möglichkeiten das Eigenschaftsprofil dieser intermetallischen Legierungen zu verändern. Dabei gilt es allerdings zu beachten, dass die Umformung dieser Legierungsklasse erst bei hohen Temperaturen und isothermen Bedingungen optimal funktioniert.

Die 3. Entwicklungsgeneration der  $\gamma$ -Titanaluminide – die so genannten TNB-Legierungen - zeichnen sich durch einen hohen Niob-Gehalt von 5-10 at.% aus und bestechen durch ihre Kriechbeständigkeit [2]. TNB-Legierungen erstarrten peritektisch und ein vollständiger Konzentrationsausgleich der Legierungselemente während der Erstarrung der Schmelze ist daher schwer möglich. Die Firma Böhler-Schmiedetechnik nützte zum Schmieden von TNB-Legierungen ein nahezu konventionelles Schmiedeverfahren.

Aufgrund des engen Prozessfensters für die Umformung, verstärkt durch die aus der peritektischen Erstarrung resultierenden chemischen Inhomogenitäten, gestaltete es sich sehr schwierig, eine reproduzierbare und profitable Prozessroute aufzubauen [1].

Aus diesem Grund wird am Department Metallkunde und Werkstoffprüfung gemeinsam mit Böhler Schmiedetechnik und anderen Projektpartnern eine neue Projektlegierung, ausgehend von thermodynamischen Vorhersagen [3] entwickelt, von der man sich ein verbessertes Umformverhalten, gepaart mit einer besseren chemischen und mikrostrukturellen Homogenität erwartet. Im Gegensatz zu den TNB-Legierungen weist diese Legierungsklasse, welche als TNM-Legierungen bezeichnet werden, einen abgesenkten Nb und Al Gehalt auf und durchläuft daher eine direkte Erstarrung über die  $\beta$ -Phase, d. h. ein peritektischer Erstarrungspfad wird vermieden.

Ziel dieser Arbeit war es diese neue Legierung ausgehend vom Gusszustand bis zum geschmiedeten Material zu charakterisieren. Besonderes Augenmerk wurde dabei auf die Mikrostruktur nach dem Schmieden, und die Möglichkeit die mechanischen Eigenschaften durch eine geeignete Wärmebehandlung zu optimieren, gelegt. Des Weiteren wurden Umformversuche am Dilatometer durchgeführt um eine Aussage über die Fließspannung in Abhängigkeit von der Temperatur zu erhalten.

## 2. Theoretische Grundlagen

### 2.1. Metallkundlicher Überblick

#### 2.1.1. Das binäre Ti-Al- Phasensystem

Im binären Ti-Al- Phasensystem (Abbildung 2-1) treten, im für technischen Anwendungen interessanten Legierungsbereich mit einem Gehalt von 42- 49 at.% Aluminium, verschiedene Phasen auf. Diese Phasen beeinflussen, in Abhängigkeit von ihrem Volumenanteil, durch die ihnen zugrunde liegende Kristallstruktur die später diskutierten Eigenschaften der Titanaluminide maßgeblich. Betrachtet man das System im thermodynamischen Gleichgewicht, so treten bei Raumtemperatur und im diskutierten Zusammensetzungsbereich, die intermetallische  $\gamma$ - und  $\alpha_2$ -Phase auf. Die  $\gamma$ -TiAl Phase besitzt eine geordnete, tetragonal flächenzentrierte  $L1_0$  Struktur (CuAu- Typ). Die tetragonale Verzerrung der Einheitszelle resultiert dabei aus dem schichtweisen Aufbau der Einheitszelle, wie es Abbildung 2-2a dargestellt ist. Die geordnete hexagonale  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al Phase tritt in  $\gamma$ -TiAl-Basislegierungen, in Abhängigkeit des Al- Gehaltes, mit einem Volumenanteil von 5– 20 %, auf. Sie ist durch eine DO<sub>19</sub> Struktur des Typs Ni<sub>3</sub>Sn gekennzeichnet (Abbildung 2-2b) [4]. Die beiden Raumtemperaturphasen weisen neben ihren metallischen Bindungsanteilen starke kovalente Bindungsanteile auf [5].

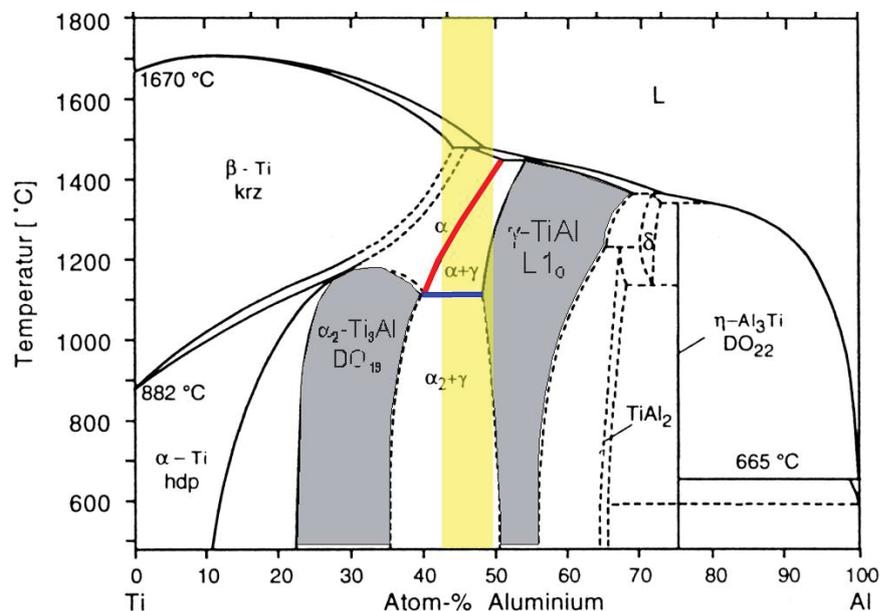


Abbildung 2-1: Binäres Phasendiagramm des Systems Ti-Al. In gelber Farbe ist der technisch interessante Legierungsbereich markiert. In rot ist die  $\alpha$ -Transuslinie und in blau die eutektoide Temperatur eingezeichnet [6]. Hinweis: Durch Legieren mit Nb und Mo werden die Phasengrenzen stark modifiziert.

Bei einer Temperatur von ca. 1130°C wird die eutektoide Temperatur ( $T_{eu}$ ) erreicht, über der sich die geordnete  $\alpha_2$ -Phase in eine ungeordnete, hexagonale Mischkristallphase, die  $\alpha$ -Ti Phase, umwandelt. Über der eutektoiden Temperatur beginnt das Zweiphasengebiet in dem die  $\alpha$ -Ti und  $\gamma$ -Phasen auftreten. Zu höheren Temperaturen hin wird dieses Gebiet durch die technisch wichtige  $\alpha$ -Transuslinie begrenzt. Wie im Kapitel 2.1.2 genauer erläutert, können bei Wärmebehandlungen im Bereich der  $\alpha$ -Transustemperatur gezielte Mikrostrukturmodifikationen eingestellt werden. Gemäß der Gibbsschen Phasenregel befindet sich über der  $\alpha$ -Transustemperatur ein Einphasengebiet, in dem nur noch die  $\alpha$ -Ti Phase auftritt. Im binären Phasensystem tritt bei geringeren Al-Konzentrationen und erhöhten Temperaturen weiters die kubisch-raumzentrierte  $\beta$ -Phase auf. In ternären Systemen ist es möglich, den Existenzbereich dieser Phase zu erhöhten Al-Konzentrationen hin zu erweitern. Die  $\beta$ -Phase kann dann unterhalb der  $\beta$ -Transuslinie in die geordnete kubisch-raumzentrierte B2-Struktur umwandeln (Abbildung 2-2c) [7]. Gerade für die untersuchte TNM-Legierung spielt das Auftreten dieser Phase eine wesentliche Rolle, da diese Legierung, wie in Kapitel 2.3.1 erläutert, über die  $\beta$ -Phase erstarrt.

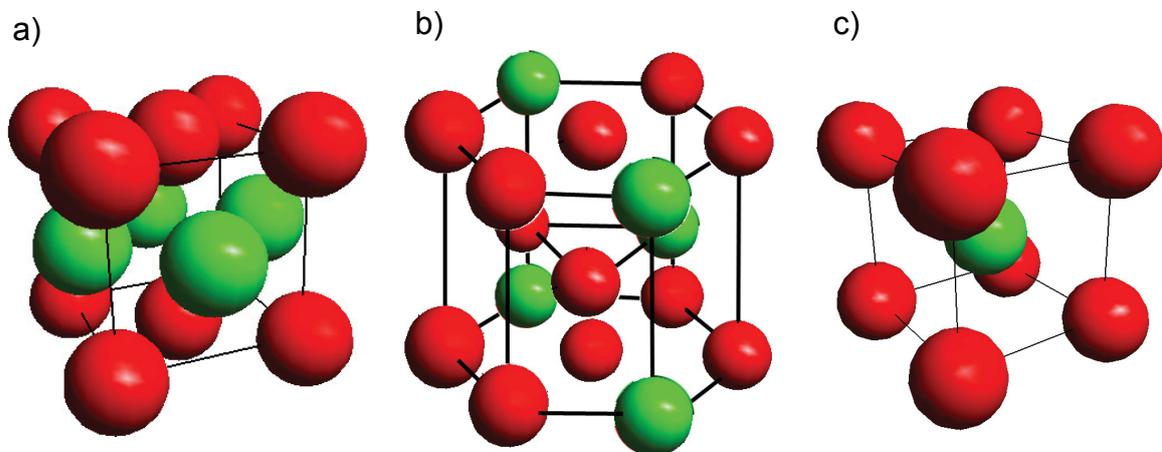


Abbildung 2-2: Darstellung der wichtigsten Kristallmodifikationen die in  $\gamma$ -TiAl-Legierungen mit Al-Konzentrationen zwischen 42- 49 at.% auftreten können. (a)  $\gamma$ -TiAl, (b)  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al, (c) geordnete kubisch raumzentrierte  $\beta$ -Ti Phase mit B2-Struktur.

### 2.1.2. Mikrostrukturmodifikationen

In  $\gamma$ -TiAl Basislegierungen können aufgrund des mehrphasigen Aufbaues durch Wärmebehandlungen sehr unterschiedliche Gefügearten eingestellt werden. Anhand der Mikrostrukturmodifikationen ist eine sehr gute Möglichkeit gegeben, die mechanischen Eigenschaften des Materials gezielt zu beeinflussen. Dabei werden 4 Gefügetypen (siehe Abbildung 2-4) unterschieden, die durch die Auslagerung im vorgegebenen Temperaturbereich, mit einer anschließenden Luft- bzw. Ofenabkühlung, entstehen. Die folgenden Betrachtungen zur Ausbildung der Mikrostruktur gelten im Wesentlichen für binäre Ti-Al Legierungen.

- **Volllamellare Gefüge (Fully Lamellar - FL):**

Legierungen mit einem Al Gehalt von 42- 49 at.% können entweder über eine peritektische Reaktion oder wie die entwickelte TNM Legierung, vollständig über die  $\beta$ -Phase erstarren (siehe Kapitel 2.3.1). Unabhängig vom Erstarrungsweg wird jedoch in binären Legierungen immer das  $\alpha$  Einphasengebiet (siehe Abbildung 2-4) durchlaufen. Der weitere Abkühlungsweg gestaltet sich dann gemäß folgender Reaktion:  $\alpha \rightarrow \alpha + \gamma \rightarrow \alpha_2 + \gamma$  [8].

Wird nun eine Wärmebehandlung über der  $\alpha$ -Transustemperatur, d.h. im Einphasengebiet durchgeführt, bildet sich bei der anschließenden Abkühlung ein Gefüge aus Lamellenkolonien, das bei Raumtemperatur aus  $\alpha_2$ - und  $\gamma$ -Lamellen zusammengesetzt ist. Gemäß der erwähnten Umwandlungsreaktion scheiden sich beim Unterschreiten von  $T_\alpha$  aus den globularen  $\alpha$ -Körnern die  $\gamma$ -Lamellen aus. Dabei wächst die  $\gamma$ -Phase mit der Orientierungsbeziehung nach Blackburn [9] in das  $\alpha$ -Korn hinein. Die (111) Ebenen der tetragonalflächenzentrierten  $\gamma$ -Lamellen sind dann parallel zu den (0001) Basalebene der hexagonalen  $\alpha$ -Körner orientiert. Als Keimstellen für die  $\gamma$ -Lamellen dienen dabei die sich unterhalb von  $T_\alpha$  bildenden Shockley Partialversetzungen. Sie treten in der Basalebene der  $\alpha$ -Phase auf, wodurch ein Stapelfehler entsteht [10]. Da sich die hexagonale Struktur von einer kubisch- flächenzentrierten Struktur nur durch ihre Stapelfolge unterscheidet, ist somit die  $\alpha$ -Phase in die  $\gamma$ -Phase überführt worden. Die Einstellung der entsprechenden chemischen Zusammensetzung erfolgt während der Umwandlung durch Diffusionsvorgänge. Der Unterschied zwischen einer kubisch- flächenzentrierten Struktur und der tetragonalen  $L1_0$   $\gamma$ -Struktur liegt lediglich in einer geringfügigen Verzerrung der c-Achse [5].

Aufgrund der tetragonalen Verzerrung und der damit voneinander unterscheidbaren (111) Ebenen, bilden sich in den  $\gamma$ -Lamellen Domänen aus, die durch eine vielfache Rotation von  $60^\circ$  um die [111]-Richtung zueinander verdreht sind. Es entstehen sechs Orientierungsmöglichkeiten innerhalb der  $\gamma$ -Lamellen [11, 12], die zu unterschiedlichen Grenzflächen, wie z.B. - bei einer Drehung um  $180^\circ$  - zu Zwillingsgrenzen, führen [13]. Eine schematische Darstellung einer gebildeten lamellaren Struktur ist in Abbildung 2-3 zu sehen.

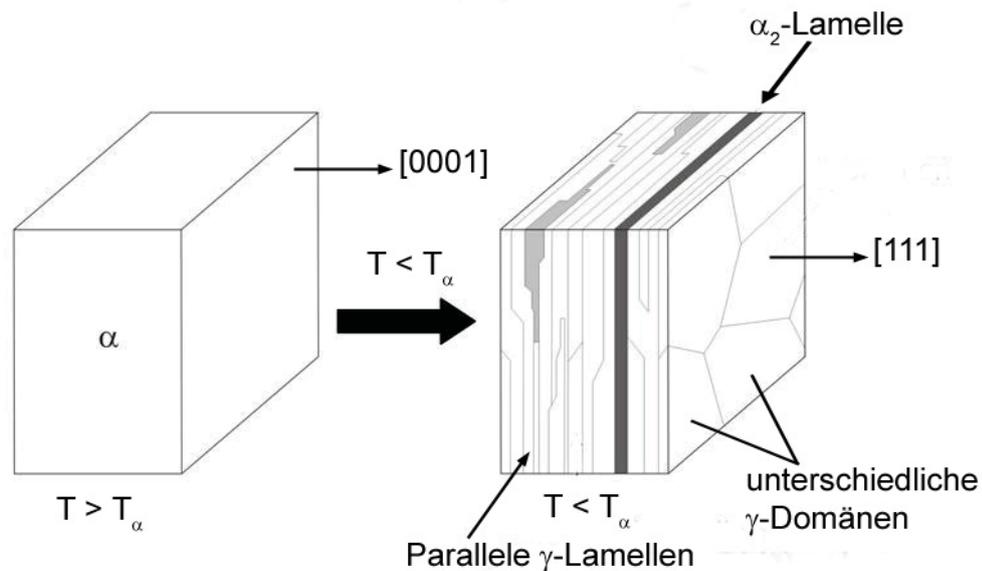


Abbildung 2-3: Bildung einer lamellaren Struktur mit unterschiedlichen  $\gamma$ -Domänen aus dem  $\alpha$ -Mutterkorn [14].

Das Wachstum der  $\gamma$ -Lamellen ist ein diffusionsgesteuerter Prozess. Somit ist der Lamellenabstand eine Funktion der Abkühlgeschwindigkeit und kann von mehreren 10nm bis mehrere  $\mu\text{m}$  betragen [8, 15]. Unterhalb der eutektoiden Temperatur erfolgt schlussendlich noch innerhalb der  $\alpha$ -Lamellen die Ordnungsumwandlung  $\alpha \rightarrow \alpha_2$ . Volllamellare Gefüge sind aufgrund der fehlend zweiten Phase während der Wärmebehandlung über  $T_e$  sehr grobkörnig, da das Wachstum der  $\alpha$ -Körner nicht gehemmt wird (vergleiche Abbildung 2-4).

- **Nahezu Lamellare Gefüge (Nearly Lamellar - NL):**

Wird die Wärmebehandlung knapp unterhalb der  $\alpha$ -Transustemperatur durchgeführt, so bildet sich ein Gefüge aus, welches fast vollständig aus lamellaren Körnern besteht. An den Korngrenzen und Tripelpunkten findet man jedoch feine globulare  $\gamma$ -Körner, die dafür verantwortlich sind, dass NL-Gefüge feiner sind als

FL-Gefüge. Die Phasenanteile werden stark von Glüh Temperatur und Glühdauer beeinflusst [16].

- **Duplex Gefüge:**

Gemäß dem Hebelgesetz nimmt der Anteil der  $\gamma$ -Phase bei einer Absenkung der Wärmebehandlungstemperatur im  $(\alpha + \gamma)$ - Phasengebiet immer mehr zu. Wird die Glühung ca. in der Mitte des Zweiphasengebiets durchgeführt, so sind die Phasenanteile ca. gleich hoch. Duplex Gefüge sind somit durch globulare  $\gamma$ -Körner und lamellare  $\alpha_2/\gamma$ -Körner gleicher Größe gekennzeichnet. Vereinzelt treten auch globulare  $\alpha_2$ -Körner an Korngrenzen der  $\gamma$ -Körner auf [16].

- **Near Gamma Gefüge:**

Mit absinkender Wärmebehandlungstemperatur nimmt auch der Volumenanteil an lamellaren Körnern ab. Schließlich erhält man bei einer Glühung, die knapp oberhalb der eutektoiden Temperatur stattfindet, ein Gefüge aus globularen  $\gamma$ - und, entsprechend dem Hebelgesetz, geringeren Anteilen an  $\alpha_2$ -Körnern.

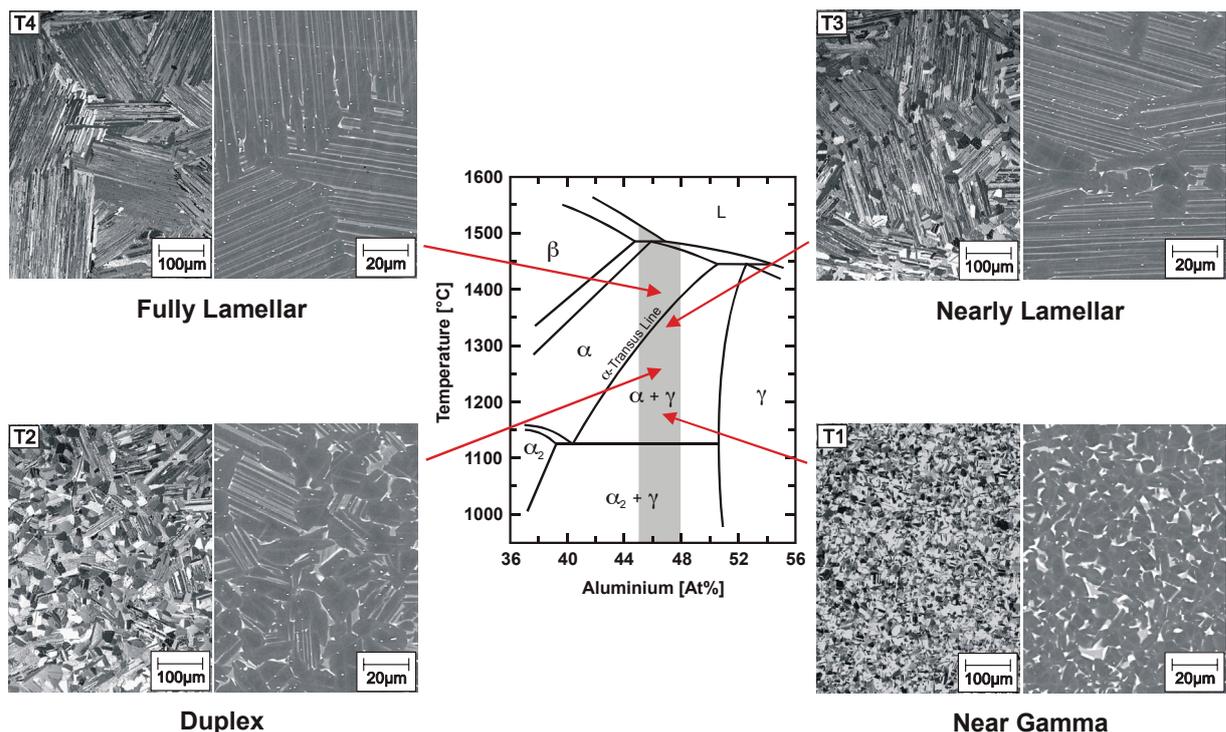


Abbildung 2-4: Ausschnitt aus dem binären Phasendiagramm für Ti-Al mit Aufnahmen der vier typischen Gefügetypen mittels Lichtmikroskopie (polarisiertes Licht) – jeweils links und Rasterelektronenmikroskopie (BSE Mode) – rechts [16].

### 2.1.3. Mechanische und physikalische Eigenschaften

Wie in Kapitel 1 bereits erwähnt, wird den  $\gamma$ -Titanaluminiden ein großes Anwendungspotential als Werkstoff für Hochtemperaturanwendungen in beweglichen Bauteilen, wie z. B. Turbinenschaufeln, zugeschrieben.

Speziell die geringe Dichte der  $\gamma$ -Titanaluminide ( $3,9-4,1 \text{ g/cm}^3$ ), gepaart mit einer hohen spezifischen Festigkeit und Kriechbeständigkeit machen den Werkstoff für diese Anwendungen so interessant. Zusätzlich besticht dieser Werkstoff durch seine gute Oxidationsbeständigkeit [2, 17] und seine fehlende Neigung zu Titanfeuer. Die hohe spezifische Festigkeit ist auf die in den intermetallischen Phasen gerichteten, stark kovalenten, Bindungsanteile zurückzuführen. Sie bleibt bis zu Temperaturen von  $800^\circ\text{C}$  auf einem konstant hohem Niveau und beginnt dann abzusinken (Abbildung 2-5). Anzuführen ist des Weiteren der im Vergleich zu Titanlegierungen außergewöhnlich hohe E-Modul ( $155 - 180 \text{ GPa}$ ). Auch er ist eine Konsequenz der gerichteten kovalenten Bindungsanteile.

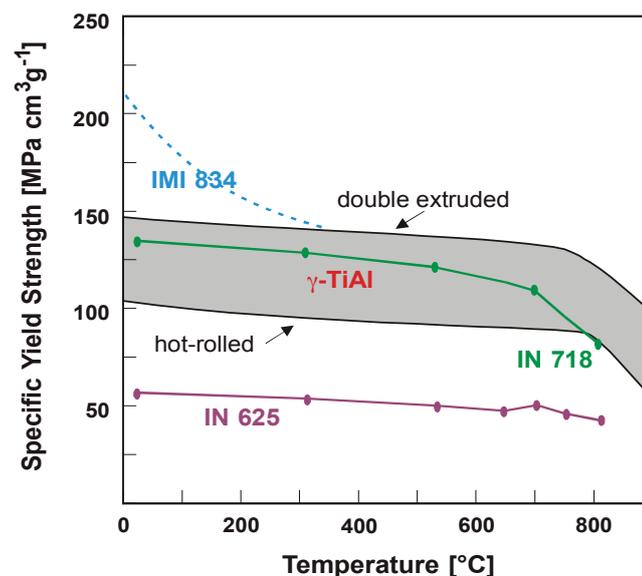


Abbildung 2-5: Vergleich der spezifischen Streckgrenzen als Funktion der Temperatur [16].

Aufgrund der stark kovalenten Bindungsanteile und der geordneten Kristallstruktur zeigen  $\gamma$ -TiAl Basislegierungen bei Raumtemperatur ein sprödes Verhalten. Bei einphasigem  $\gamma$ -TiAl mit Aluminium Gehalten  $> 51 \text{ at.}\%$  werden daher nur Bruchdehnungen von  $\leq 1\%$  erreicht. Durch die  $\alpha_2$ -Phase, die eigentlich wesentlich spröder als die  $\gamma$ -Phase ist, kann die Duktilität bei Raumtemperatur wegen ihrer höheren Löslichkeit für Verunreinigungen (O, H, N, C) etwas verbessert werden [18, 19]. Eine Umformung des Werkstoffs ist jedoch nur durch thermomechanische Verfahren weit oberhalb der spröd-duktil Übergangstemperatur ( $>700^\circ\text{C}$ )

möglich [16]. Ab dieser Temperatur wird ein steiler Abfall der Fließspannung beobachtet [5, 13, 20], der auf die Aktivierung von Kletterprozessen zurückgeführt werden kann [13].

Das Kriechverhalten wird im Wesentlichen über den lamellaren Gefügeanteil und den vorliegenden Lamellenabstand bestimmt [21]. Die hohen Grenzflächenanteile wirken dabei als Hindernisse für Versetzungsbewegungen [22, 23]. Entgegen den Erwartungen ist jedoch die Kriechrate in Duplex Gefügen höher als jene in Near Gamma Gefügen. Der Grund liegt darin, dass die Versetzungsmobilität in den  $\gamma$ -Körnern von Duplex Gefügen, wegen der - weiter oben beschriebenen - „reinigenden“ Wirkung der  $\alpha_2$ -Phase, höher ist [24]. Einen Überblick zu den Kriecheigenschaften ist in den Untersuchungen von Appel et. al gegeben [13]. In Abbildung 2-6 werden die Kriechraten einer konventionellen zweiphasigen TiAl Legierung mit unterschiedlichen Gefügemodifikationen gezeigt.

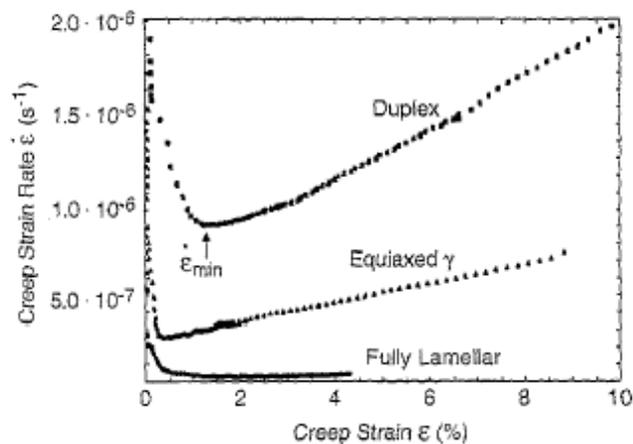


Abbildung 2-6: Darstellung der Kriechraten einer Ti-42Al [mol.%] Legierung als Funktion der Dehnung für unterschiedliche Gefügetypen bei 815°C. Geprüft wurde mit einer Spannung von 150MPa [25].

Generell lässt sich feststellen, dass die in diesem Kapitel besprochenen Eigenschaften insgesamt stark von der vorliegenden Mikrostruktur abhängen. Mit einer guten Kriechbeständigkeit, einer hohen Festigkeit und Streckgrenze, einem hohen E-Modul sowie einer guten Bruchzähigkeit zeigen lamellare Gefüge dabei die ausgewogensten Eigenschaften [26]. In Tabelle 2-1 wird abschließend ein Überblick über typische Kennwerte und andere Eigenschaftsgrößen von  $\gamma$ -TiAl Basislegierungen gegeben.

Tabelle 2-1: Eigenschaftsprofil von TiAl Basislegierungen. Die Werte hängen wesentlich von der chemischen Zusammensetzung und der Mikrostruktur ab [2, 15, 27].

Eigenschaft	Typischer Größenbereich
Dichte [ $\text{gcm}^{-3}$ ]	3,9 - 4,3
E-Modul [GPa]	155 - 180
RT-Streckgrenze [MPa]	350 - 1200
RT-Zugfestigkeit [MPa]	440 - 1300
RT-Bruchdehnung [%]	1 - 4
HT-Bruchdehnung [%]	10 - 600 <sup>*</sup> )
Oxidationsgrenze [ $^{\circ}\text{C}$ ]	700 - 950
Kriechgrenze [ $^{\circ}\text{C}$ ]	700 - 950
Kriechraten [ $\text{s}^{-1}$ ]	$10^{-6}$ - $10^{-10}$
RT-Bruchzähigkeit [ $\text{MPam}^{1/2}$ ]	12 - 35
HT-Bruchzähigkeit [ $\text{MPam}^{1/2}$ ]	20 - 50
RT-Ermüdungsfestigkeit [MPa]	600
HT-Ermüdungsfestigkeit [MPa]	500 (700 $^{\circ}\text{C}$ )

<sup>\*</sup>) Mit sehr feinen Gefüge können TiAl-Legierungen sogar superplastisches Verhalten zeigen

#### 2.1.4. Einfluss ternärer Legierungselemente

Die in den Kapiteln 2.1.1 bis 2.1.3 besprochenen Merkmale werden stark über das Legierungskonzept beeinflusst. Dabei ist die wichtigste Einflussgröße der Al-Gehalt. Über ihn wird der Erstarrungspfad maßgeblich bestimmt (siehe Kapitel 2.3.1). Weitere Legierungselemente können einzelne Phasen über weite Bereiche stabilisieren und verändern somit auch den Erstarrungspfad und in weiterer Folge die auftretende Mikrostruktur. Im Speziellen soll hier auf die Elemente Nb und Mo verwiesen werden, die als starke  $\beta$ -Stabilisatoren wirken [28]. Als kornfeinendes Element wird häufig Bor zulegiert, welches sich in Form von  $\text{TiB}_2$  [bzw.  $(\text{Ti}, \text{Nb}, \text{Mo})\text{B}_2$ ] im Gefüge wieder findet [16, 29]. Der Einfluss ternärer Legierungselemente auf die Duktilität, die Bruchzähigkeit und die Oxidationsbeständigkeit wird ausführlich in [30, 31] diskutiert. Die Mechanismen zur Erhöhung der Festigkeit und Kriechbeständigkeit wurden vor allem von [17, 32, 33] untersucht. Der Einfluss unerschiedlicher ternärer Legierungselemente auf die Anteile der  $\alpha_2\text{-Ti}_3\text{Al}$ ,  $\gamma\text{-TiAl}$  und  $\beta\text{-Ti}$  Phasen wird ausführlich in [28] diskutiert.

## 2.2. Herstellung und Verarbeitung

Die Herstellung von  $\gamma$ -Titanaluminiden ist entweder schmelzmetallurgisch oder pulvermetallurgisch möglich. Beide Verfahren haben gemein, dass sehr hohe Anforderungen bezüglich Reinheit (O- und N- Gehalt) und einer sorgfältigen Prozessführung gestellt werden. Nur so können Legierungen produziert werden, die eine

hinreichende Homogenität aufweisen, um eine weitere Verarbeitung zu Endprodukten zu ermöglichen. Pulvermetallurgisch wird  $\gamma$ -TiAl meist über die Argonverdüsung vorlegierter Schmelzen produziert. Anschließend wird das Pulver über heißisostatisches Pressen konsolidiert. Man erhält somit ein texturfrees, chemisch sehr homogenes Material. Nachteilig sind allerdings die höheren Prozesskosten. Eine Ausführliche Erläuterung der pulvermetallurgischen Herstellung ist in der folgenden Literatur zu finden [34, 35].

Zur schmelzmetallurgischen Herstellung werden Verfahren verwendet, die bereits bei der Produktion von konventionellen Ti-Legierungen angewendet werden. Die gängigsten Verfahren sind das Schmelzen im Kaltwandtiegel (Electron Beam Melting, EBM) [36, 37], das Plasma-Umschmelzen (Plasma Arc Melting, PAM) [38] und das technisch relevanteste Verfahren – das Vakuum-Lichtbogenumschmelzen (Vacuum Arc Remelting, VAR) [39]. Für die Produktion von großen Ingots stellt das PAM-Verfahren jedoch eine mögliche Alternative zum VAR-Verfahren dar. Wie in Abbildung 2-7a zu sehen ist, wird bei dieser Herstellungsvariante mittels Plasma-Brennern unter Helium Atmosphäre aufgeschmolzen.

Beim VAR-Verfahren wird zuerst kaltisostatisch bei Drücken von bis zu 2000t eine Elektrode aus Ti-Schwamm, Aluminium - Granalien und weiteren Masteralloys gepresst. Masteralloys sind Vorlegierungen, die zuvor über eine aluminotherme Reaktion hergestellt werden [38]:



Sie haben den Zweck die Schmelzpunkte der einzelnen Komponenten aneinander anzupassen, um im späteren Prozess eine ausreichende Homogenität gewährleisten zu können. Die gepresste Elektrode wird anschließend mittels eines Lichtbogens unter Vakuum zu einem Ingot umgeschmolzen (Abbildung 2-7b). Die Herstellung der sogenannten Ingots über das VAR-Verfahren erfolgt durch mindestens zweimaliges Umschmelzen.

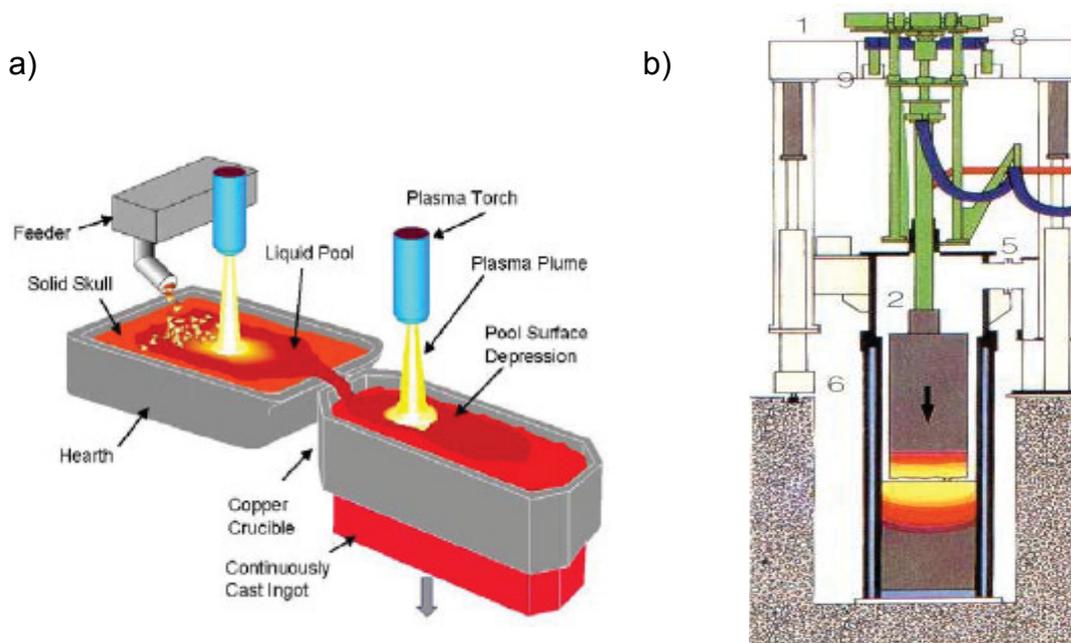


Abbildung 2-7: (a) Prinzipskizze einer Plasma - Umschmelzanlage [40]; (b) Prinzipskizze einer Vakuum - Lichtbogenumschmelzanlage [38].

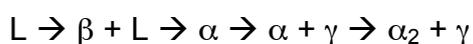
Ein großer Nachteil sämtlicher schmelzmetallurgischer Verfahren ist, dass sich makroskopische und mikroskopische Schwankungen der chemischen Zusammensetzungen bei peritektisch erstarrenden Legierungen schwer vermeiden lassen. Zur Minimierung der Inhomogenitäten und zur Kornfeinung werden die erschmolzenen Ingots einer Primärumformung durch Strangpressen unterzogen.

Bei dieser Umformung, dem so genannten „Ingot-Breakdown“, entsteht ein rekristallisiertes Gefüge. An dieser Stelle sei auf Kapitel 2.3 verwiesen, in dem auf diese Problematik näher eingegangen wird.

## 2.3. $\beta$ -erstarrende Titanaluminium Legierungen

### 2.3.1. Erstarrung und Festphasenumwandlung

In den vergangenen Jahren wurden großteils Legierungen mit einem Al-Gehalt  $\geq 45$  at.% als hoffnungsvoll für den Einsatz in Hochtemperaturanwendungen erachtet. Derartige binäre Ti-Al Legierungen durchlaufen eine peritektische Erstarrung gemäß folgendem Erstarrungspfad:



Das Problem peritekischer Erstarrungen liegt darin, dass sich bei realen, also endlich schnell ablaufenden, Erstarrungsbedingungen ein erhebliches Ungleichgewicht im Gefüge einstellt (siehe Abbildung 2-8). Der Grund dafür liegt in

den starken Konzentrationsverschiebungen, die auftreten wenn sich die primär erstarrte Phase am peritektischen Punkt in die nachfolgende Phase umwandelt ( $L + \beta_{\text{primär}} \rightarrow \alpha_{\text{peritektisch}}$ ). Der Konzentrationsaustausch erfolgt dabei teilweise über eine relativ langsame Festphasendiffusion.

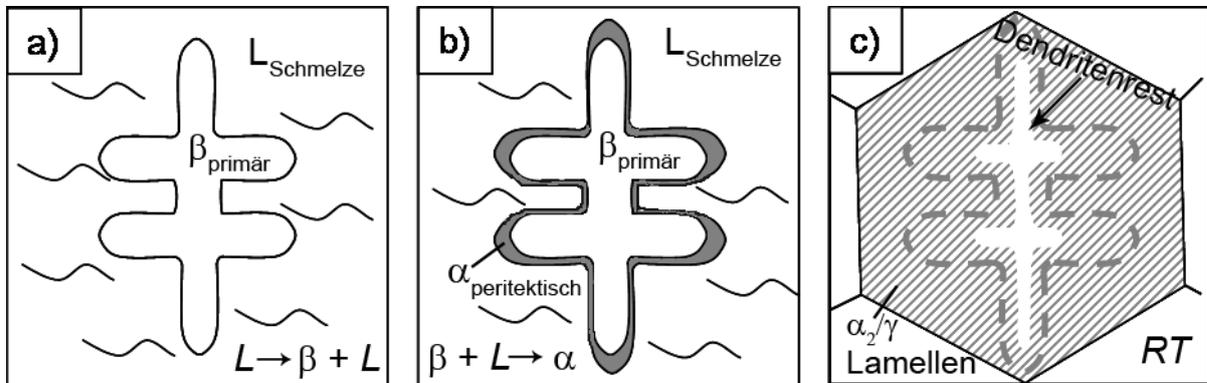
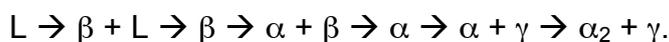


Abbildung 2-8: Schematische Darstellung der peritektischen Erstarrung von TiAl-Legierungen.

Wie von Kestler et. al [16] und Küstner [26] beschrieben wurde, führt diese Erstarrung zur Bildung von sehr inhomogenen Gussgefügen mit Anreicherungen von Al in interdendritischen Bereichen und einer Konzentration der refraktären Legierungselemente (Cr, Nb, Ta, Mo...) in den zurückbleibenden Dendritenkernen. Die daraus folgenden Konzentrationsschwankungen können sich dabei über mehrere 100  $\mu\text{m}$  erstrecken.

Aus den Untersuchungen von V. Küstner [26] geht hervor, dass Legierungen mit niedrigeren Al-Gehalten vollständig über die  $\beta$ -Phase erstarren und kaum eine Erstarrungssegregation zeigen. Die Erstarrung verläuft dann, für binäre TiAl-Legierungen bzw. entsprechend  $\beta$ -stabilisierte TiAl-Legierungen, bis hin zur Raumtemperatur entsprechend der folgenden Reaktion:



Dabei erfolgt die Erstarrung über gleichachsige, regellos orientierte Dendriten mit geringer Mikrosegregation [26]. Die primäre Festphase -  $\beta$ -Ti - weist somit eine globulare Struktur auf. Ähnlich der Gefügeumwandlung von „near- $\alpha$ “ - Ti-Legierungen wachsen bei weiterer Abkühlung, d. h.  $T < T_{\beta}$ , in diese  $\beta$ -Körner, entsprechend der kristallographischen Burgers Beziehung [41], Platten der  $\alpha$ -Phase hinein:



In den  $\beta$ -Zwischenräumen der  $\alpha$ -Phase, kommt es zur Anreicherung von Ti und bei multikomponenten Legierungen zu einer zusätzlichen Anreicherung von Nb und Mo. Aus dieser angereicherten  $\beta$ -Phase bildet sich in weiterer Folge die geordnete

B2-Phase. Aus den  $\alpha$ -Platten entsteht anschließend, wie schon in den Kapiteln 2.1.1 und 2.1.2 beschrieben, das typische lamellare  $\alpha_2/\gamma$ -Gefüge. Die lamellaren Körner sind noch zusätzlich, wie oben erklärt, von einem Saum der B2-Phase umgeben. Eine ausführliche Darstellung der Vorgänge bei der Erstarrung über die  $\beta$ -Phase ist in der Arbeit von Cheng et. al [42] zu finden. In Abbildung 2-9 wird die eben beschriebene Erstarrung nochmals durch Prinzipskizzen verdeutlicht.

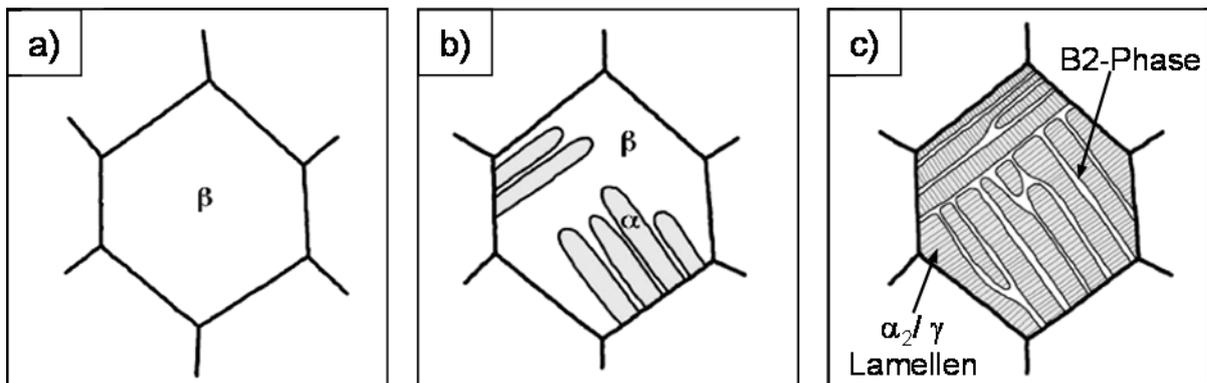


Abbildung 2-9: Illustration der vollständigen Erstarrung über die  $\beta$ -Phase (a) mit der anschließenden Bildung von  $\alpha$ -Platten (b) und der weiteren Ausbildung von lamellaren  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien mit B2-Phase in den Zwischenräumen (c) [26].

### 2.3.2. Verformungsmechanismen bei Kalt- und Warmumformung

In konventionellen zweiphasigen TiAl-Legierungen läuft die Verformung bei Raumtemperatur hauptsächlich innerhalb der  $\gamma$ -Phase ab. Die Versetzungen bewegen sich dabei auf den dichtestgepackten  $\{111\}$ -Ebenen. Größtenteils werden gewöhnliche Versetzungen mit dem Burgersvektor  $b = 1/2\langle 110 \rangle$  oder (selten) Super-versetzungen vom Typ  $b = \langle 101 \rangle$  bzw.  $1/2\langle 11\bar{2} \rangle$  beobachtet. Zusätzlich kann auch mechanische Zwillingsbildung, entlang  $1/6\langle 11\bar{2} \rangle\{111\}$ , auftreten. Oberhalb der spröde-duktil-Übergangstemperatur, welche je nach Legierung und Gefüge zwischen 600 und 800°C liegt, bestimmt die diffusionskontrollierte Kletterbewegung der gewöhnlichen Versetzungen die Verformung. Die weit aufgespalteten Superversetzungen sind nicht kletterfähig. Kletttervorgänge sowie Quergleiten der Versetzungen führen in zweiphasigen TiAl-Legierungen über 800°C zu Erholungs- und Rekristallisationsmechanismen. Eine gute Zusammenfassung der Verformungsmechanismen von konventionellen TiAl-Legierungen ist in [13] gegeben.

Für Legierungen bei denen bei Raumtemperatur zusätzlich die kubische B2-Phase vorhanden ist, existieren kaum Arbeiten. Morris et al. [43] berichten, dass die Verformung innerhalb der B2-Phase entweder über gewöhnliche Versetzungen des

Typs  $\langle 100 \rangle$  oder über aufgespaltete Superversetzungen des Typs  $\langle 111 \rangle$  innerhalb der  $\{110\}$  Ebene abläuft. Aus Untersuchungen an  $\text{Ti}_3\text{Al}$ -Basislegierungen mit Anteilen an B2-Phase geht hervor, dass diese Phase schon bei geringen Volumenanteilen, im Gegensatz zu konventionellen  $\text{Ti}_3\text{Al}$ -Basislegierungen, zu einer wesentlich homogeneeren Verformung bei Raumtemperatur führt. Der Hauptanteil der Verformung wird in derartigen Legierungen von der B2-Phase getragen und verläuft dabei innerhalb der  $\{110\}$  und  $\{121\}$  Ebenen [44].

### 3. Experimentelles

#### 3.1. Legierungskonstitution und untersuchtes Material

Für die vorliegende Arbeit ist Material aus der Charge 56531 und 73300, hergestellt bei der Firma GfE, untersucht worden. Der Ingot wurde über die VAR-Prozessroute (siehe Kapitel 2.2) und dreimaliges Umschmelzen produziert („as-cast“-Zustand).

Anschließend wurde das Material bei ca. 1200°C mit einem Durchmesser Verhältnis von ca. 8:1 stranggepresst. Das stranggepresste Material („as-extruded“) hatte einen Durchmesser von 4 cm. Nach dem Strangpressen ist das Material noch einer 4- stündigen Spannungsarmglühung bei 980°C unter Argon Atmosphäre unterzogen worden. Die chemische Analyse, die anschließend jeweils am Ingot und an mehreren Abschnitten des stranggepressten Materials durchgeführt wurde, ergab im Mittel folgende Zusammensetzung (Tabelle 3-1):

Tabelle 3-1: Aus Röntgenfluoreszenzspektroskopie (XRF) ermittelte chemische Zusammensetzung der untersuchten Chargen (Angaben in at.%).

Charge	Zustand	Ti	Al	Nb	Mo	B
56531	Ingot	51,47	43,62	3,76	0,98	0,1
56531	Strang	51,19	43,92	3,80	1,01	0,09
73300	Ingot	50,99	43,84	4,08	1,06	0,1
73300	Strang	51,45	43,42	3,99	1,05	0,1

Im letzten Umformschritt führte die Firma Böhler Schmiedetechnik GmbH&CoKG die Stauchversuche zur Herstellung von so genannten Pancakes durch. Die Umformung erfolgte dabei mit einem „nahezu konventionellen“ Verfahren [1] auf einer hydraulischen 1000t Presse mit einer Umformgeschwindigkeit von 1-2 mm/s in einem Temperaturbereich von ca. 1280 - 1300°C (Charge 56531) bzw. 1210°C – 1240°C (Charge 73300). Um ein zu rasches Abkühlen der Proben während der Umformung zu verhindern, wurden die Proben vor der Umformung mit einer thermischen Schutzschicht versehen. Zusätzlich wurden die Umformgesenke aus einer Ni-Basislegierung in einem Ofen vorgeheizt.

Die Umformung erfolgte entweder über das Flachdrücken oder das Stauchen eines Strangpressabschnitts. Zur Verdeutlichung des Unterschieds ist in Abbildung 3-1 eine Prinzipskizze der zwei Umformvarianten dargestellt.

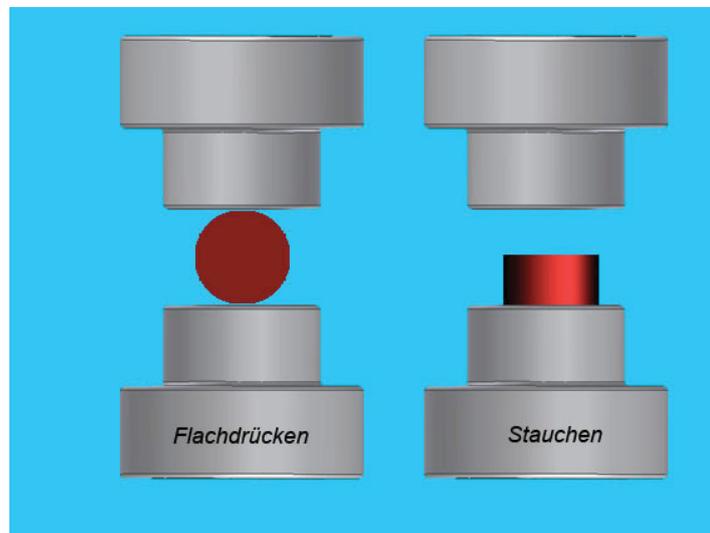


Abbildung 3-1: Prinzipskizze zur Umformung von strangpresstem Material.

Für das geschmiedete Material ergaben sich somit zwei mögliche Geometrien (Abbildung 3-2), die für die weiteren Untersuchungen zur Verfügung standen.

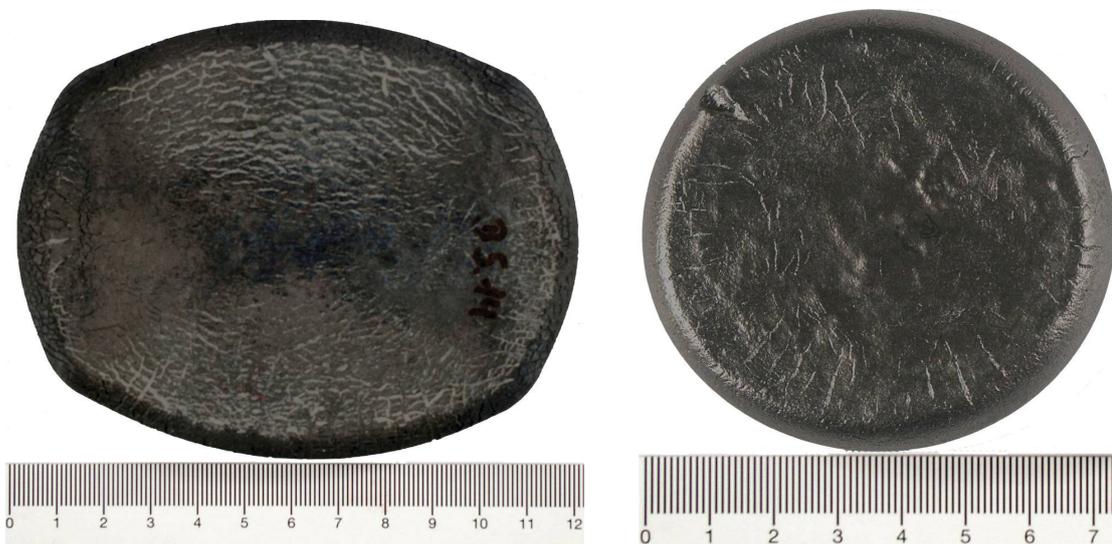


Abbildung 3-2: (a) Makroaufnahme eines flachgedrückten Pancakes - Umformrichtung senkrecht zur Achse des Strangpresslings; (b) Makroaufnahme eines gestauchten Billets - Umformrichtung parallel zur Achse des Strangpresslings. (Mit dem Begriff Achse wird die Richtung des Strangpressens definiert).

Für die durchgeführten Untersuchungen wurden Proben direkt aus dem Ingot, dem stranggepresstem Material und den geschmiedeten Pancakes verwendet.

## 3.2. Mikrostrukturuntersuchungen

Für die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse aus den Mikrostrukturuntersuchungen war es wichtig, die Position aus der die Proben jeweils entnommen wurden genau zu bezeichnen. Die Bezeichnung der Probenlagen erfolgte wie in Abbildung 3-3 dargestellt. Für die Mikrostrukturcharakterisierung wurden hauptsächlich Radial- bzw. Querschliffe untersucht.

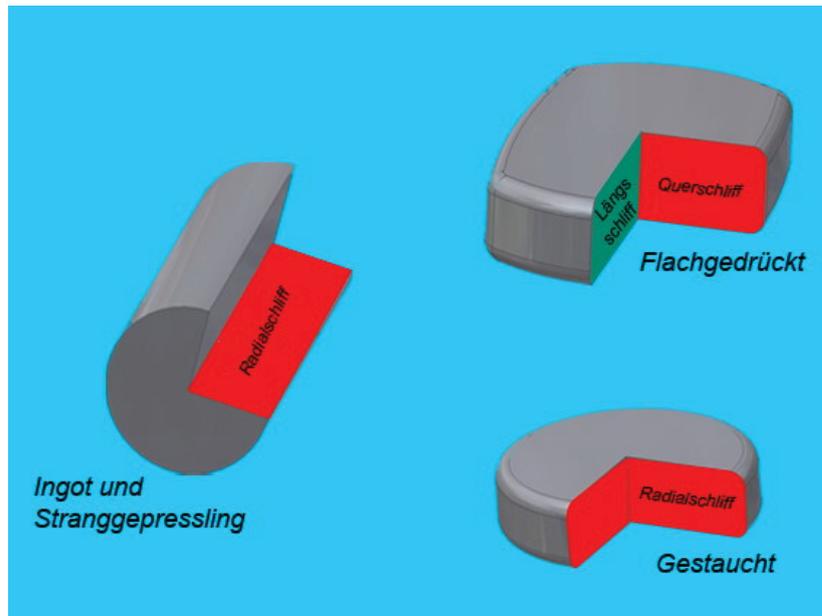


Abbildung 3-3: Darstellung der Probenentnahme für die Mikrostrukturuntersuchungen und die dafür verwendete Bezeichnung.

Aufgrund der unterschiedlichen Umformgrade und Abkühlgeschwindigkeiten treten entlang des Probenquerschnitts eine Reihe von Veränderungen in der Mikrostruktur auf. Daher wurde darauf geachtet für Untersuchungen an unterschiedlichen Zuständen (z.B. verschiedene Wärmebehandlungen) immer Proben aus Positionen zu entnehmen, die denselben Bedingungen unterlagen.

### 3.2.1. Probenpräparation

Wie für die Erstellung von metallographischen Schliffen üblich, wurden alle Proben in einem ersten Schritt, zur besseren Handhabung, in einem Kunstharz eingebettet. Das Einbetten erfolgte mit dem elektrisch leitenden Einbettmittel der Firma Struers – Typ Polyfast bei 180°C und einer Kraft von 20 kN. Die anschließende mechanische Präparation erfolgte auf einem TegraPol31 Schleif/Polierautomaten der Firma Struers. Das mechanische Schleifen erfolgte mit konventionellem SiC-Schleifpapier. Aufgrund des spröden Verhaltens der  $\gamma$ -Titanaluminide können beim Schleifen und Polieren Defekte im oberflächennahen Gefüge entstehen. Diese werden als

Mikrorisse bezeichnet. Daher ist es ab einer Körnung von ca. 800  $\text{inch}^{-2}$  und den darauf folgenden Polierschritten sehr wichtig, eine „sanfte Präparation“ mit einer möglichst niedrigen Anpresskraft durchzuführen. Um trotzdem qualitativ hochwertige, kratzerfreie Gefügeabbildungen zu ermöglichen, ist vor allem eine ausreichend lange Politur mit der kolloidalen OP-S Suspension der Firma Struers ausschlaggebend. Die Schleif- und Polieranweisung ist in Tabelle 3-2 zusammengefasst.

Tabelle 3-2: Verwendete Schleif- und Polieranweisung für die Durchführung der metallographischen Präparation auf einem Schleif/Polierautomaten des Typs TegraPol31.

Scheiben	Körnung [ $1/\text{inch}^2$ ]	Kraft [N]	Zeit [min]	Drehsinn $\cup$	Zusatz
Siliziumkarbid Schleifscheiben	220	10-25	$\leq 15$	$\cup \cup$	H <sub>2</sub> O
	320	10-25	$\leq 10$	$\cup \cup$	H <sub>2</sub> O
	500	10-20	7	$\cup \cup$	H <sub>2</sub> O
	800	10	7	$\cup \cup$	H <sub>2</sub> O
	1000	10	7	$\cup \cup$	H <sub>2</sub> O
	1200	$\leq 10$	7	$\cup \cup$	H <sub>2</sub> O
MD-Dur	6 $\mu\text{m}$ Diamantsuspension	$\leq 10$	10	$\cup \cup$	
MD-Chem	OP-S*	$\leq 10$	40	$\cup \cup$	
OP-S* = 8*OP-S + H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 3%ig					

Je nachdem wie stark die oberflächennahen Zonen, z.B. durch das Einwirken von erhöhten Temperaturen beim mechanischen Trennen, beeinflusst wurden, sind diese Bereiche durch grobkörniges Schleifen (Körnung 200 [ $\text{inch}^{-2}$ ]) bei längeren Zeiten und erhöhter Kraft abgetragen worden.

### 3.2.2. Rasterelektronenmikroskopie

Die untersuchten Proben wiesen teilweise sehr fein ausgebildete Lamellenabstände in den  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien auf. Des Weiteren war für die Gefügebeurteilungen sehr wichtig, eine Aussage über das Auftreten bzw. die Ausbildung der in dieser Legierung auftretenden  $\beta/\text{B2}$ -Phase zu erhalten. Eine gute Möglichkeit um sämtliche Details der Mikrostrukturen untereinander vergleichen zu können, war mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM) gegeben.

Die Gefügeuntersuchungen wurden an einem Rasterelektronenmikroskop des Typs Zeiss EVO 50 durchgeführt. Das Gerät verfügt über eine LaB<sub>6</sub>-Kathode, die eine im Vergleich zu konventionellen Wolfram-Kathoden geringere Elektronenaustrittsarbeit besitzt. Somit ist auch bei niedrigeren Beschleunigungsspannungen eine hohe Elektronenausbeute gegeben, welche zu qualitativ hochwertigen, kontrastreichen Bildern führt. Alle Aufnahmen wurden bei einer Beschleunigungsspannung von 15 kV im Rückstreuelektronenmodus (BSE - Back-scattered Electron Mode) durchgeführt. Des Weiteren wurden vereinzelt EBSD-Messungen (EBSD - Electron Backscatter Diffraction) zur Auswertung der Orientierungsbeziehungen auf einer Analyseeinheit der Firma Oxford (INCA Crystal 300) durchgeführt. Für chemische Analysen ist das REM mit einer EDX Einheit der Firma Oxford (INCA Dry Cool) ausgestattet.

### 3.3. Wärmebehandlungen im Laborofen

Um das bereits vorhandene Phasendiagramm für TNM-Legierungen, welches anhand von thermodynamischen Berechnungen nach der CALPHAD (Calculation of Phase Diagrams) Methode [45-47] und DSC- Messungen bestimmt wurde [48], zu verifizieren und die Phasenumwandlungen besser zu verstehen, sind in einem Laborofen eine Vielzahl von Wärmebehandlungen durchgeführt worden. Für die Wärmebehandlung stand ein SiC – Heizelement ausgestatteter Kammerofen der Firma CARBOLITE (RHF 16/15) zur Verfügung. Der Ofen weist im Bereich von 1200°C bis 1300°C ein konstantes Temperaturfeld innerhalb des Ofenraumes, mit einer Abweichung von maximal 3°C, auf. Die Proben wurden für die jeweilige Wärmebehandlung in den bereits auf Betriebstemperatur vorgeheizten Ofen eingesetzt, um sie dort entsprechend der vorgegebenen Haltezeit zu belassen. Die ungefähre Probendimension betrug bei flachgedrückten Pancakes ca.  $50 \times 20 \times 10 \text{ mm}^3$ , bei axial gestauchten Pancakes entsprachen die Dimensionen der Proben einem Viertel des ursprünglichen Schmiedeteils. Somit kann gewährleistet werden, dass die unterschiedlich wärmebehandelten Proben gut untereinander vergleichbar sind. Durch die im Laborofen durchgeführten Versuche war es im Gegensatz zu den Dilatometer-Wärmebehandlungen auch möglich, Gefügeveränderungen vom Zentrum der Probe - dem Bereich der höchsten Umformung - bis zum Probenrand zu beobachten. Die Wärmebehandlungen erfolgten nicht unter Schutzgasatmosphäre. Daher musste bei der metallographischen Auswertung darauf geachtet werden, dass die Randzone, welche in einer Stärke von ca. 100 µm auftritt und sich in Form eines  $\alpha$ -Grobkorngebietes äußert, nicht in die Gefügebeurteilung miteinbezogen wird. Das erwähnte  $\alpha$ -Grobkorngebiet entsteht durch das Abdampfen von Aluminium bzw.

durch eine Anreicherung von Sauerstoff. Beide Mechanismen führen zu einer Stabilisierung der  $\alpha_2$ -Phase.

### 3.4. Umformversuche am Dilatometer

Ziel der Versuche am Umformdilatometer war das Fließverhalten der neuen TNM-Legierungen zu charakterisieren. Die Umformparameter wurden so gewählt, dass sie jenen der großtechnischen Umformung ähnlich waren, damit eine Optimierung des Prozesses erfolgen konnte. Dabei wurde auf Erfahrungen von vorausgehenden Untersuchungen [49, 50] an einer hochniobhaltigen TNB Legierung zurückgegriffen. Die Versuche hierzu wurden an einem Gerät des Typs 805 A/D der Firma Bähr durchgeführt, welches über eine spezielle Einheit für Umformversuche verfügt. In dem Gerät werden die zylindrischen Proben von zwei  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Stempeln gehalten und mit einer Hochfrequenzwechselstromspule induktiv auf die gewünschte Temperatur erwärmt. Die Umformung ist mit Geschwindigkeiten  $\dot{\varphi}$  von  $0,1 - 12,5 \text{ s}^{-1}$  bei einer maximalen Kraft von 25 kN möglich. Eine Darstellung des Geräteaufbaus ist in Abbildung 3-4 wiedergegeben.

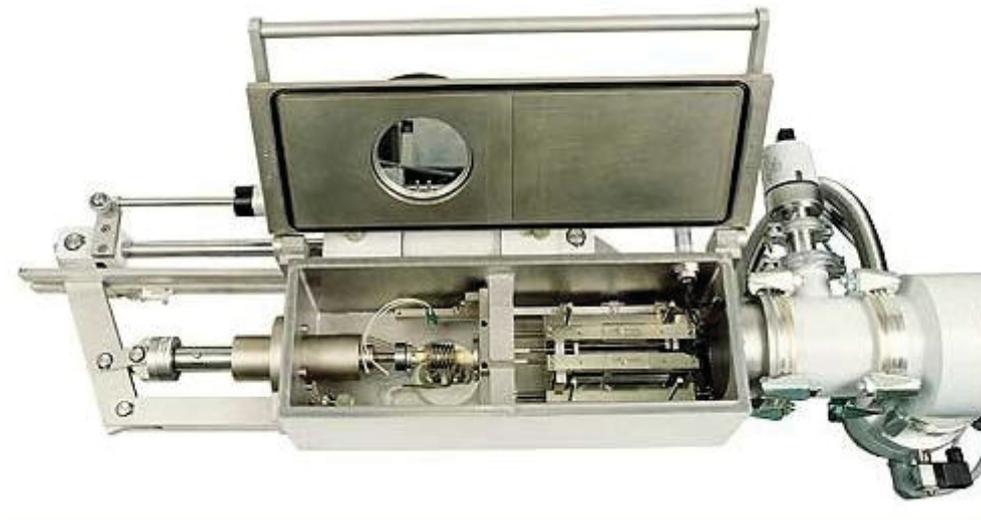


Abbildung 3-4: Aufbau des Umformdilatometers Dil805 A/D mit hydraulischem Stempel.

Für die Versuche wurden aus einem Strangpressabschnitt der untersuchten Charge (siehe Kapitel 3.1) parallel zur Strangpressrichtung Proben mit einem Durchmesser von 4 mm und einer Länge von 10 mm herausgerodiert. Um einen möglichen Einfluss des Fließverhaltens in Abhängigkeit von der Position über den Querschnitt des Strangpresslings charakterisieren zu können, sind jeweils Proben aus dem Zentrum und aus Randlagen entnommen worden. Aufgrund der aufwändigen Versuchsdurchführung und der guten Homogenität des Gefüges wurde

auf die Untersuchung von Proben normal bzw. quer zur Strangpressrichtung verzichtet.

TiAl-Legierungen haben im Allgemeinen eine schlechte elektrische Leitfähigkeit. Es hat sich in Vorversuchen gezeigt, dass TiAl-Legierungen schlecht induktiv ankoppelbar sind. Somit gestaltet es sich auch schwieriger durch eine Induktive Erwärmung eine homogene Temperaturverteilung zu erreichen, welche jedoch auf das Umformverhalten einen maßgeblichen Einfluss nimmt. Für die Versuchsdurchführung wurden daher an den beiden Kontaktflächen, zwischen Umformstempeln und Probe, dünne Molybdänblättchen mit einem Kleber an den Proben angebracht. Diese gewährleisteten eine bessere Ankoppelung am Rand der Probe und damit eine Minimierung der Temperaturdifferenz innerhalb der Umformprobe. Für die Messung der Temperaturen wurden Thermoelemente des Typs S (Pt-Pt10Rh) verwendet. Das Regelthermoelement wurde in der Probenmitte (Bereich der größten Umformung) und das Kontrollthermoelement wurde nahe einer Stirnfläche angebracht. Bei der ansonsten üblichen Methode des Punktschweißens kam es zur Bildung eines niederschmelzenden Eutektikums zwischen dem Probenmaterial und dem Thermoelement. Um eine Verfälschung des Messsignals auszuschließen, wurden daher die zwei Thermoelementdrähte zuerst unter einem Lichtbogen miteinander verschweißt und dann mittels eines Tantaldrahtes auf die Proben aufgebunden.

Um die Aluminiumabdampfung und die damit verbundene Verschiebung der Phasenanteile in der Randzone zu verhindern, wurden die Versuche unter Heliumatmosphäre durchgeführt. Damit die Soll-Temperatur, bei der die jeweilige Umformung stattfand, genau eingehalten werden konnte, musste gegen Ende der Aufheizphase zusätzlich eine niedrigere Heizrate eingestellt werden. Dadurch konnte ein Überschwingen gering gehalten werden. Nach Erreichen der vorgegebenen Umformtemperatur wurde ein Haltesegment von 20 Minuten zugeschaltet. Anschließend erfolgte die Umformung gemäß den vorgegebenen Parametern. Nach diesem Schritt wurden die Proben mit einer Kühlrate von  $\lambda = 0,1$  abgeschreckt, um das für die jeweilige Umformung charakteristische Gefüge einzufrieren. Bei jedem Versuch wurden die Temperaturkurven der Thermoelemente, die Längenänderung sowie die Fließspannung während des Umformsegments aufgezeichnet. Ein typisches Temperaturprogramm eines Umformversuchs wird in Abbildung 3-5 gezeigt.

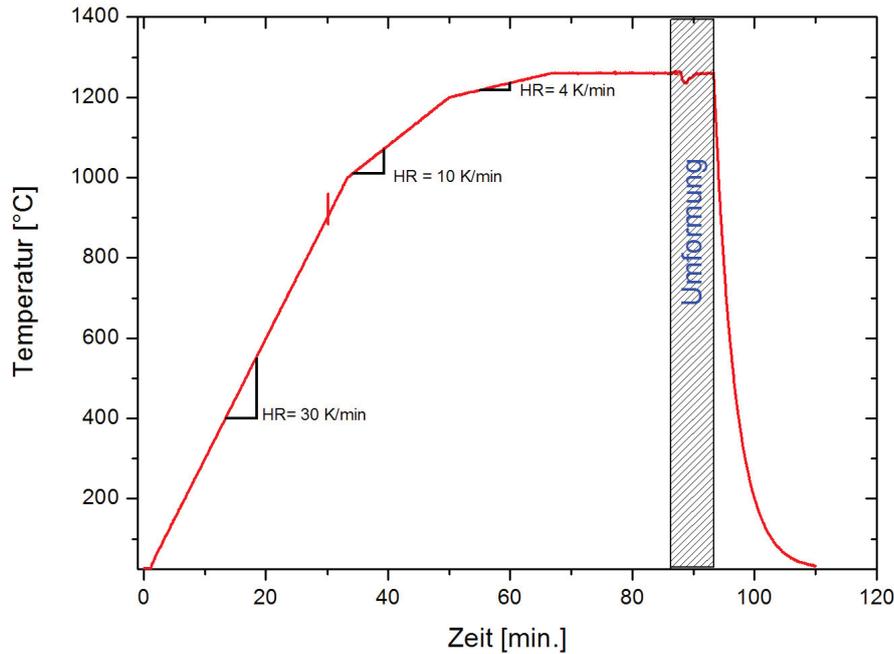


Abbildung 3-5: Darstellung einer Aufheizkurve mit mehreren Segmenten unterschiedlicher Heizraten bis zur gewählten Umformtemperatur.

### 3.4.1. Ermittlung der Fließkurven

Aufgrund der Untersuchungen zum Umformverhalten der hochniobhaltigen TNB-Legierung [48, 50] und wie dies anschließend auch durch großtechnische Umformversuche bestätigt wurde [1], ist eine erfolgreiche Umformung der TNM-Legierung über ein konventionelles Verfahren nur bei Temperaturen um die  $\alpha$ -Transusstemperatur und bei relativ niedrigen Umformgeschwindigkeiten möglich. Die Umformung im Dilatometer erfolgte bei einer, durch die Software geregelte, konstanten Umformgeschwindigkeit  $\dot{\varphi}$  bis zu einer Umformung von  $\varphi = 0,7$ . Der Umformgrad  $\varphi$  errechnet sich als natürlicher Logarithmus des Quotienten der Ausgangslänge  $l_0$  und der Endlänge  $l_1$  (siehe Formel 3-1). Die Umformrate  $\dot{\varphi}$  [1/s] berechnet sich aus der Ableitung des Umformgrads  $\varphi$  nach der Zeit [t] (siehe Formel 3-2).

$$\varphi = \ln \frac{l_0}{l_1} \quad \text{Formel 3-1}$$

$$\dot{\varphi} = \frac{d\varphi}{dt} = \frac{v}{v \cdot t - l_0} = \frac{v}{e^{-|\varphi|} \cdot l_0} \quad \text{Formel 3-2}$$

In Tabelle 3-3 sind die festgelegten Parameter für die kleintechnischen Umformversuche am Umformdilatometer dargestellt.

Tabelle 3-3: Festgelegte Versuchsmatrix für die Ermittlung der Fließkurven in der Nähe der  $\alpha$ -Transustemperatur ( $T_\alpha$ ) für unterschiedliche Umformgeschwindigkeiten ( $\dot{\varphi}$ ) und in Abhängigkeit der Probenlage (Z= Zentrum, R= Rand).

Temperatur [°C]		$\dot{\varphi}=0,05$	$\dot{\varphi}=0,1$	$\dot{\varphi}=0,5$
$T_\alpha + 40^\circ\text{C}$	1300	Z/R	Z/R	Z/R
$T_\alpha + 15^\circ\text{C}$	1275	Z/R	Z/R	Z/R
$T_\alpha$	1260	Z/R	Z/R	Z/R
$T_\alpha - 15^\circ\text{C}$	1245	Z/R	Z/R	Z/R

Die ermittelten Fließkurven weisen teilweise, wie in Abbildung 3-6 zu sehen ist, einen eher diskontinuierlichen Verlauf auf. Dies kann auf mehrere mögliche Gründe zurückgeführt werden. Das ausgeprägte Fließspannungsmaximum welches bei  $\gamma$ -TiAl Legierungen beobachtet wird [49] kann über eine dynamische einsetzende Rekristallisation erklärt werden. Der starke Abfall der Fließspannung im weiteren Kurvenverlauf bzw. die anschließend teilweise auftretenden Unstetigkeiten hängen vermutlich mit der Temperaturführung während des Stauchprozesses zusammen. Es ist davon auszugehen, dass sich während der Verformung entweder der Kontakt zwischen dem Regelthermoelement und der Probe verschlechterte oder auch das Thermoelement ein zu hohes Temperatursignal, durch die Annäherung des Tantalblemdrahtes an die Induktionsspule, aufzeichnete (siehe Abbildung 3-6). Daher wurden für eine Auswertung lediglich die Fließspannungsmaxima ( $k_{fmax}$ ), wie in Abbildung 3-6 eingezeichnet, herangezogen.

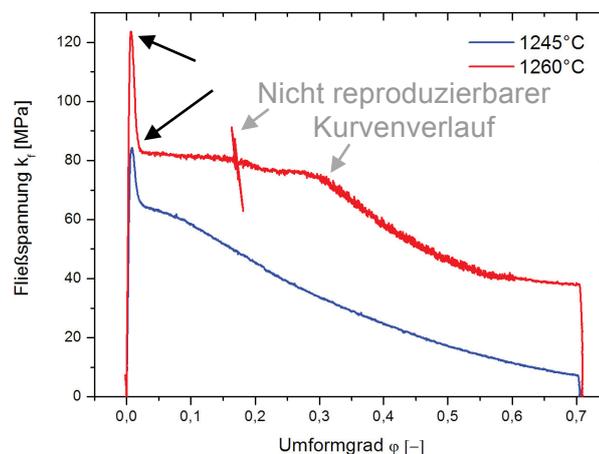


Abbildung 3-6: Fließkurven zweier Umformversuche bei unterschiedlichen Temperaturen und konstanter Umformgeschwindigkeit. Die Fließspannungsmaxima sind durch Pfeile gekennzeichnet. Auf den Umstand, dass die maximale Fließspannung bei  $T_\alpha - 15^\circ\text{C}$  (blaue Kurve) geringer ist als bei einer Umformtemperatur von  $T_\alpha$  (rote Kurve) wird im Kapitel 4.6.2 eingegangen.

### 3.5. Röntgendiffraktometrie

Zur qualitativen Bestimmung der auftretenden Phasen sind Röntgenstrukturanalysen (XRD, engl. X-Ray Diffraction) durchgeführt worden. Die Messungen erfolgten an einem Diffraktometer des Typs Kristalloflex D500 der Firma Siemens. Dabei wurde in Bragg-Brentano Anordnung in einem Winkelbereich  $2\theta$  von  $20^\circ$  bis  $80^\circ$ , bei einer Beschleunigungsspannung von 40 kV, einem Strom von 25 mA unter Verwendung von Cu-K $\alpha$  Strahlung gemessen. Die Messanordnung wird in Abbildung 3-7 gezeigt.

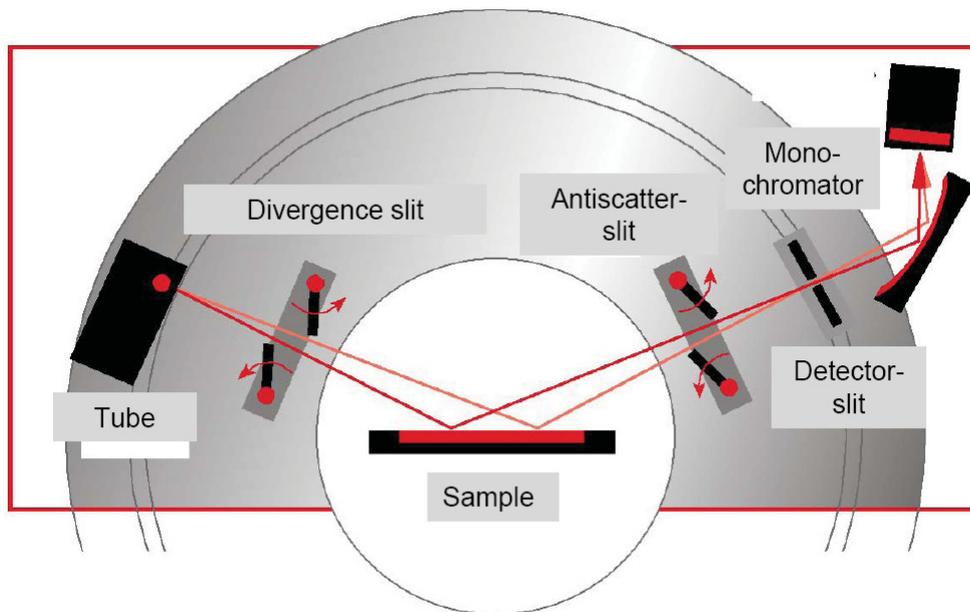


Abbildung 3-7: Aufbau eines Pulverdiffraktometers in Bragg-Brentano Anordnung [51].

Im direkten Vergleich der gemessenen Diffraktogramme konnte durch die Veränderung der Röntgenreflexe (Intensität und Lage) eine rein qualitative Auswertung durchgeführt werden. Zusätzlich wurden mit der Software TOPAS der Firma Bruker AXS die Phasenanteile quantitativ nach der Rietveldmethode berechnet [52, 53]. Wie aus den Ergebnissen der Texturmessungen an geschmiedeten TNM Pancakes, die von Dr. Bartels - TU Hamburg-Harburg - durchgeführt wurden, hervorgeht, sind diese Ergebnisse jedoch mit dem Wissen, dass Vorzugsorientierungen auftreten, nicht als Absolutwerte anzusehen. Abbildung 3-8 zeigt exemplarisch das Ergebnis einer Rietveldauswertung.

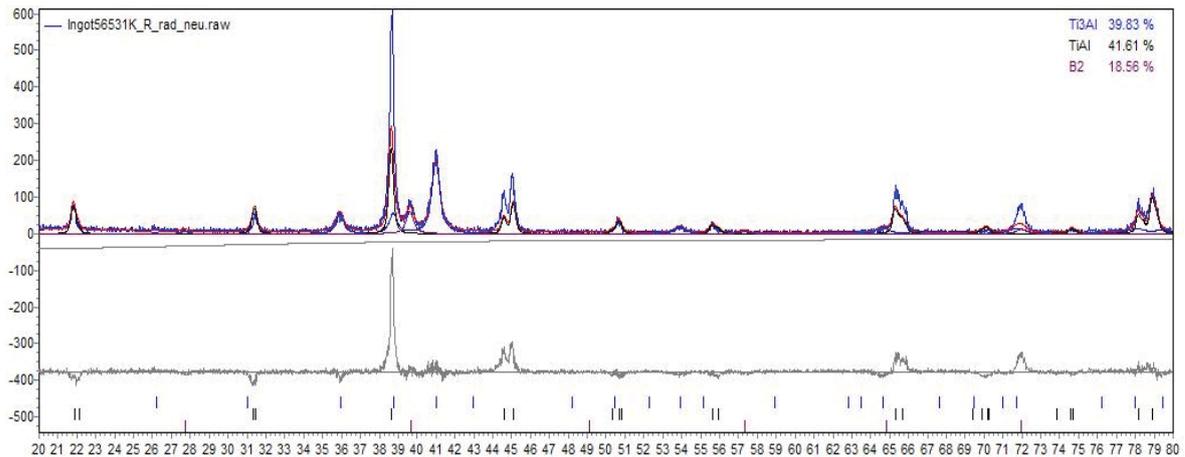


Abbildung 3-8: Gemessenes Röntgenspektrum einer untersuchten TNM Probe, welches mittels Rietveldmethode gefittet wurde. Das Messfile ist hier in blau dargestellt. Weiters sind die berechneten Kurven der einzelnen Phasenbestandteile zu erkennen, aus denen sich eine Summenkurve ergibt, die dem Original möglichst ähnlich sein muss. In grau (untere Bildhälfte) ist zusätzlich noch die Differenz aus der berechneten Summenkurve und dem Original dargestellt.

### 3.6. Texturmessungen

Wie bereits V. Küstner in ihren Untersuchungen zeigen konnte [26, 54], erstarren Titanaluminide mit niedrigerem Al- Gehalt rein über die  $\beta$ -Phase. Gemäß dieser Annahme sollte sich auch in der untersuchten TNM-Legierung nach der Erstarrung ein nahezu texturfrees, globulares Gefüge einstellen. Herkömmliche hochniobhaltige Legierungen erstarren hingegen peritektisch und weisen ausgeprägte Texturen auf [26, 54]. Um Aufschlüsse über die Orientierungsverteilungen zu erhalten, sind thermische Neutronen am besten geeignet, da sie nicht von den Elektronen gestreut werden und somit weit in das Material eindringen können. Dadurch ist es möglich ein großes Probenvolumen zu messen und man erhält eine sehr gute statistische Aussage.

Die Texturmessungen wurden am GKSS Forschungszentrum in Geesthacht in Zusammenarbeit mit Professor Brokmeier durchgeführt. Zur Untersuchung wurden thermische Neutronen der „Beamline 5“ des Forschungsreaktor FRG1 verwendet. Nähere Details zur Texturmessung mit Neutronen sind in [55] nachzulesen. In Abbildung 3-9 ist der prinzipielle Versuchsaufbau des Diffraktometers an der Beamline gezeigt.

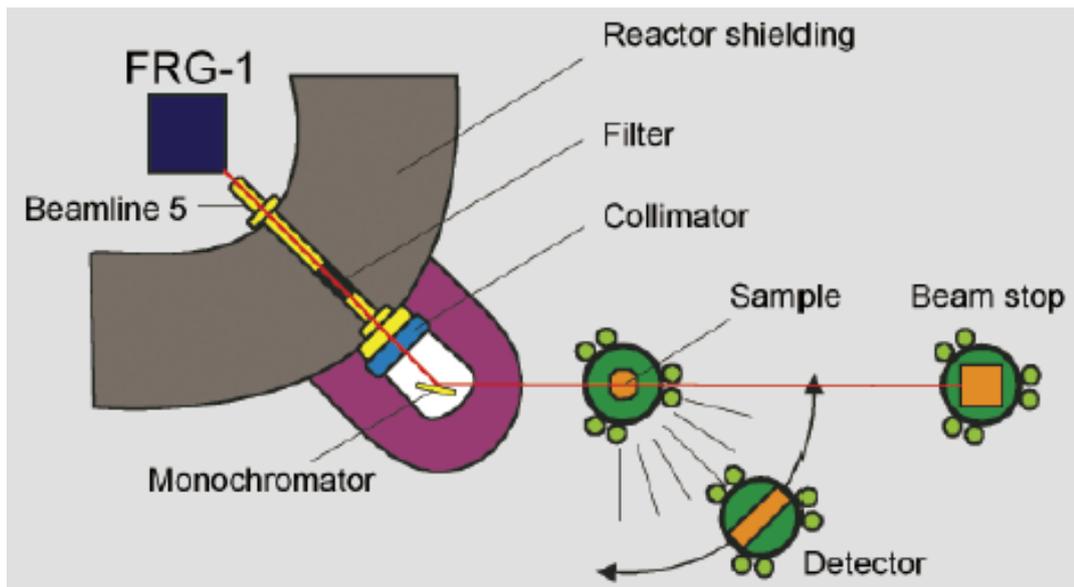


Abbildung 3-9: Messanordnung des Neutronen-Textur-Diffraktometers Tex-2 am Forschungsreaktor FRG-1 im GKSS Forschungszentrum [55].

Messungen sind an einer Probe aus dem Ingot und einer Probe aus dem Strangpressling gemacht worden. Die Probendimension betrug  $1 \times 1 \times 1 \text{ cm}^3$ .

### 3.7. Härtemessungen

Es wurden Härteverlaufsmessungen entlang eines Strangpressquerschnitts, vom Zentrum bis zum Rand, durchgeführt. Diese Messungen dienten als Vergleichswert für die Fließspannungsuntersuchungen in Abhängigkeit von der örtlichen Position im Strangpressling.

Die Härtemessungen erfolgten nach dem Vickers-Verfahren (EN 6507) mit einer Last von 29,4 N. Dabei dringt die Spitze einer Diamantpyramide je nach Widerstand des Werkstoffs unterschiedlich tief in die zu untersuchende Probe ein und hinterlässt nach Zurücknahme der Last nach definierter Belastungszeit einen Härteeindruck. Um den technologischen Kennwert der Härte nach Vickers (HV) bestimmen zu können, werden dann die Diagonalen des Eindrucks vermessen. Anhand von Formel 3-3 erhält man anschließend den HV-Wert.

$$HV = \frac{0,012 \cdot F \cdot 1,8544}{d^2}$$

Formel 3-3

F stellt die Belastung in N und d die Diagonale des Härteeindrucks in mm dar.

## 4. Ergebnisse und Diskussion

### 4.1. Bestimmung der Umwandlungstemperaturen

Um der Forderung nach verbesserten Umformeigenschaften gerecht zu werden, wurde ein neues Legierungskonzept entwickelt. Dieses Konzept beruht auf der Erstarrung über die  $\beta$ -Phase (siehe Kapitel 2.3). Außerdem wurde eine Legierung entwickelt, die bei hohen Temperaturen einen hohen Anteil an duktiler  $\beta$ -Phase aufweist, wodurch die Umformeigenschaften positiv beeinflusst werden. Bei niedrigen Temperaturen hingegen soll sich der Anteil der  $\beta$ -Phase wiederum auf ein Minimum reduzieren, um insbesondere eine gute Kriechbeständigkeit gewährleisten zu können. Die Grundlage für die Legierungsentwicklung stellten thermodynamische Phasenanteilsberechnungen dar. Die Berechnungen wurden mittels der CALPHAD Methode im Rahmen der Doktorarbeit von H. Chladil [48, 56] durchgeführt. Die Ergebnisse der thermodynamischen Berechnung wurden anschließend anhand von DSC-Messungen (Differential Scanning Calorimetry) überprüft. Eine ausführliche Beschreibung der bisher durchgeführten Untersuchungen ist in Veröffentlichung 1, im Anhang, zusammengefasst. Um die Ergebnisse der DSC-Messungen mit den berechneten Umwandlungspunkten im thermodynamischen Gleichgewicht vergleichen zu können, wurden Messungen bei unterschiedlichen Heizraten durchgeführt. Anschließend erfolgte daraus eine lineare Extrapolation der gemessenen Umwandlungspunkte auf eine theoretische Heizrate von  $0 \text{ Kmin}^{-1}$ . Klar zu erkennen ist dabei der Unterschied zwischen Berechnung und Messung, welche auf die ungenügende Anpassung der thermodynamischen Datenbanken auf das gewählte Legierungssystem zurückgeführt werden kann. Die Resultate aus den thermodynamischen Berechnungen, in Kombination mit den Ergebnissen aus den DSC-Untersuchungen, liefern wie in Abbildung 4-1 dargestellt bereits gute Erkenntnisse, die zu einer Beschreibung des Phasensystems  $\text{Ti-(x)Al-4Nb-1Mo-0.1B}$  genutzt werden können (siehe auch Veröffentlichung 4 im Anhang). Diese Ergebnisse stellen die Grundlage für die durchgeführten kleintechnischen Umformversuche sowie sämtlicher Wärmebehandlungskonzepte zur Einstellung der Mikrostruktur dar. Für eine genauere Beschreibung des Phasensystems  $\text{Ti-(x)Al-4Nb-1Mo-0.1B}$  sind jedoch weitere Untersuchungen mit variierten Aluminiumkonzentrationen notwendig, die in der Diplomarbeit von B. Böck [57] durchgeführt wurden.

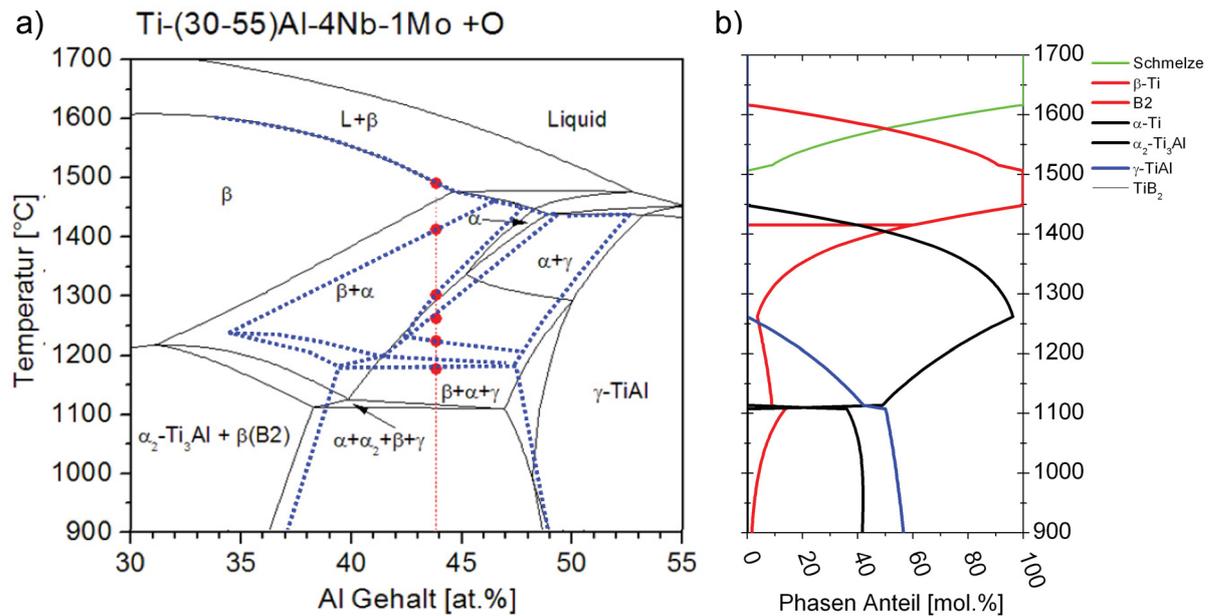


Abbildung 4-1: (a) Darstellung des berechneten quasibinären Phasendiagramms Ti-(x)Al-4Nb-1Mo-0.1B (schwarz) im Vergleich zu den in rot eingezeichneten Umwandlungspunkten die aus DSC-Messungen ermittelt wurden. An den Proben für die DSC-Messungen wurde zuvor jeweils die chemische Zusammensetzung bestimmt. Der Vorschlag für den tatsächlichen Verlauf der einzelnen Phasengrenzen ist blau punktiert eingezeichnet. (b) Berechnete Phasenanteile in Abhängigkeit der Temperatur für Ti-43Al-4Nb-1Mo-0.1B.

## 4.2. Mikrostrukturuntersuchung des Ausgangszustandes

Als Ausgangszustand werden jene Zustände bezeichnet, die dem formgebenden Umformschritt, hier als groß- bzw. kleintechnische Umformung bezeichnet, vorausgehen. Diese vorangehenden Zustände beeinflussen durch ihre Homogenität, ihre Phasenanteile und Korngröße die Umformeigenschaften maßgeblich.

### 4.2.1. Charakterisierung des Gussgefüges

#### 4.2.1.1. Beschreibung und Beurteilung der Gefügebestandteile

In den rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen, die bei 200 facher Vergrößerung durchgeführt wurden, sind große Lamellenkolonien zu erkennen, die aus  $\gamma$ - und  $\alpha_2$ -Lamellen bestehen (Abbildung 4-2). Diese lamellaren Körner werden von einem Saum umgeben, der sich aus Teilen der im Rückstreuungskontrast als weiß zu beobachtenden  $\beta$ -Phase und der dunkel erscheinenden  $\gamma$ -Phase zusammensetzt. In der  $\beta$ -Phase ist die höchste Konzentration an Nb und Mo zu messen, wodurch die Helligkeit im Rückstreuungskontrast erklärt werden kann. Obwohl die  $\beta$ -Phase bei Raumtemperatur als geordnete B2-Struktur vorliegt, wird im Folgenden nur von  $\beta$ -Phase gesprochen. Dabei wird davon ausgegangen, dass der

umgebende Saum der  $\beta$ -Phase dem primären Gefüge nach der Erstarrung entspricht. Bei einer weiteren Abkühlung bildet sich anschließend, entsprechend dem Phasendiagramm, das beobachtete Gefüge aus (siehe dazu Kapitel 2.1.2 und 2.3.1). Die globularen  $\gamma$ -Körner entstehen nach T.T Cheng [58] entweder direkt aus der  $\beta$ -Phase oder über einen Prozess der ähnlich einer diskontinuierlichen Ausscheidung abläuft. Vereinzelt sind lamellare Körner zu sehen, die zwar durch einen feinkörnigen Bereich aus  $\gamma$ - und  $\beta$ -Körnern unterbrochen werden, jedoch behalten die Lamellen ihre Orientierung im benachbarten Korn bei. Die lamellaren Körner haben eine durchschnittliche Korngröße von ca. 100  $\mu\text{m}$ . Der relativ grobe Lamellenabstand zwischen den  $\alpha_2/\gamma$ -Latten kann wie in Kapitel 2.1.2 beschrieben auf die moderaten Abkühlgeschwindigkeiten, die bei einer Abkühlung eines Ingots vorherrschen, zurückgeführt werden. Teilweise ist eine starke Längsstreckung der Körner zu beobachten, die auf eine gerichtete Erstarrung hindeuten. Die erwähnte parallele Ausrichtung der Lamellen in benachbarten Körnern ist hauptsächlich im Zentrumsbereich des Ingots zu beobachten. Daher kann davon ausgegangen werden, dass die primär erstarrten  $\beta$ -Körner in diesem Bereich sehr groß und eine nahezu stängelige Form hatten. Trotz dieser Unterschiede zwischen Rand und Zentrum, die einem gewöhnlichen Erstarrungsvorgang in einer Kokille ähneln, sehen die Gefüge aus Rand und Zentrum sehr ähnlich aus.

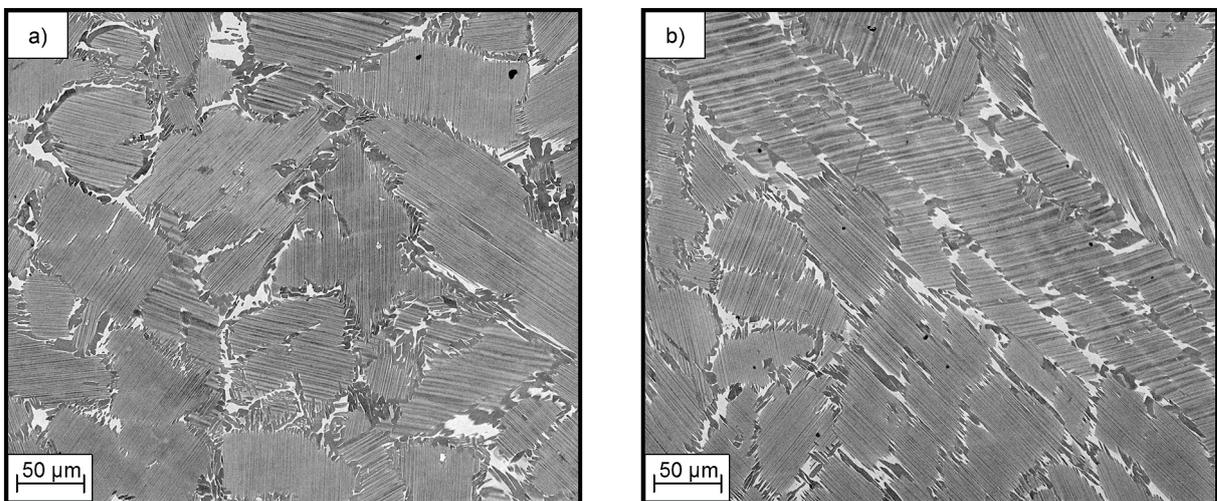


Abbildung 4-2: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme des as-cast mit Rückstreuungskontrast aus dem Randbereich (a) und Zentrumsbereich (b) der untersuchten Legierung.

Der Anteil der  $\beta$ -Phase bei Raumtemperatur im Gusszustand wurde mittels Rietveldmethode und quantitativer Phasenanalyse höher ermittelt, als er im thermodynamischen Gleichgewicht bei Raumtemperatur sein sollte (Abbildung 4-1 (b)). Der hohe Anteil an  $\beta$ -Phase im Gusszustand wird jedoch nicht als Nachteil angesehen, da diese duktile  $\beta$ -Phase bei einer anschließende Warmumformung wie ein „Schmierfilm“ wirkt. Insgesamt ist das Gefüge als homogen anzusehen.

## 4.2.2. Charakterisierung des Gefüges nach dem Strangpressen

### 4.2.2.1. Beschreibung und Beurteilung der Gefügebestandteile

In der Mikrostruktur des stranggepressten Materials (Abbildung 4-3) sind dieselben Phasen wie im Gusszustand zu sehen. Der Aufbau der Mikrostruktur unterscheidet sich jedoch grundlegend. Die Warmumformung führte zu einer dynamischen Rekristallisation, wodurch eine Kornneubildung auftritt, die in einer Kornfeinung resultiert. Deutlich zu erkennen ist die Ausrichtung der Körner parallel zur Umformrichtung. Die  $\beta$ -Phase bildet auch hier zusammenhängende Bereiche aus. Sowohl die zeitlich ausgebildeten  $\beta$ -Phasenbereiche, als auch die anderen Anteile der Mikrostruktur sind im Randbereich feiner ausgebildet. Im Zentrum des Stranges sind noch Reste von Lamellenpaketen zu sehen. Daraus kann geschlossen werden, dass der im Zentrum verursachte Umformgrad eine zu geringe Triebkraft für eine vollständige dynamische Rekristallisation darstellt bzw. dass andere Abkühl- und Umwandlungsverhältnisse vorgelegen haben. Die beschriebenen Lamellenpakete haben eine maximale Ausdehnung von  $20\ \mu\text{m}$ . Die Mikrostruktur sowohl im Randbereich als auch im Zentrum des Stranges kann somit als sehr homogen bezeichnet werden. Im Gegensatz zu Gefügeinhomogenitäten von einer Ausdehnung  $> 100\ \mu\text{m}$ , die aus hoch niobhaltigen TNB-Legierungen bekannt sind [49] und die zu einem Ausfall des Halbzeugs bei einer weiteren Umformung führen können. Durch das etwas gröbere Gefüge und die Lamellenpakete im Zentrum eines Strangabschnitts kann aber davon ausgegangen werden, dass bei einer weiteren Umformung die Fließspannung in der Mitte des Stranges im Vergleich zum Rand höher sein wird.

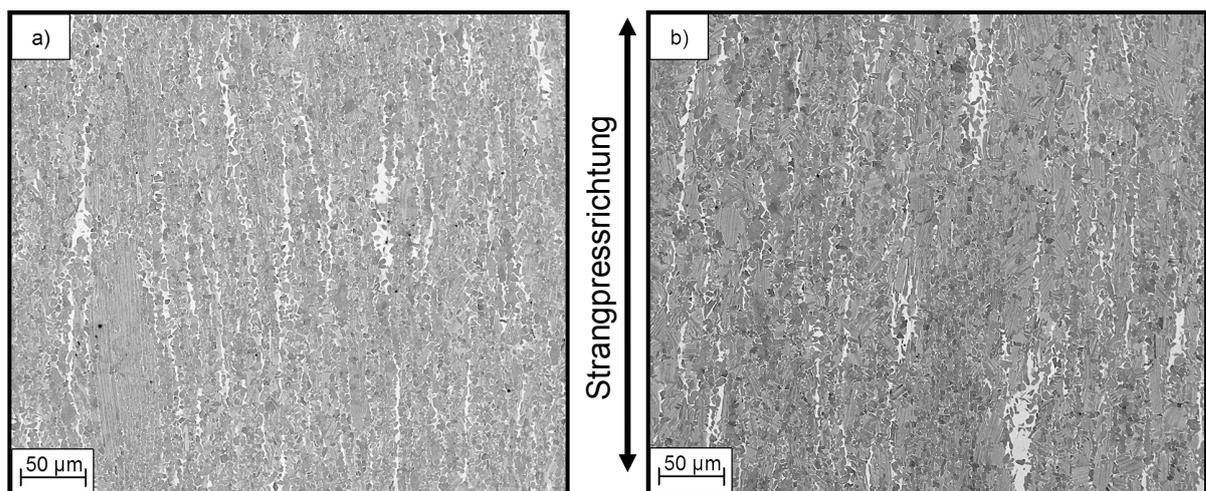


Abbildung 4-3: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme eines Strangpressabschnitts mit Rückstreuелеlektronenkontrast aus dem Randbereich (a) und Zentrumsbereich (b) der untersuchten TNM-Legierung.

#### 4.2.2.2. Härtemessungen über den Strangquerschnitt

Um einen möglichen Einfluss der Mikrostruktur auf die Festigkeit feststellen zu können, wurde ausgehend vom Zentrum des Strangpressabschnitts der Härteverlauf mit einem Vickers Kleinlasthärteprüfgerät gemessen. Dabei konnte keine Positionsbedingte Korrelation bestimmt werden (Abbildung 4-4).

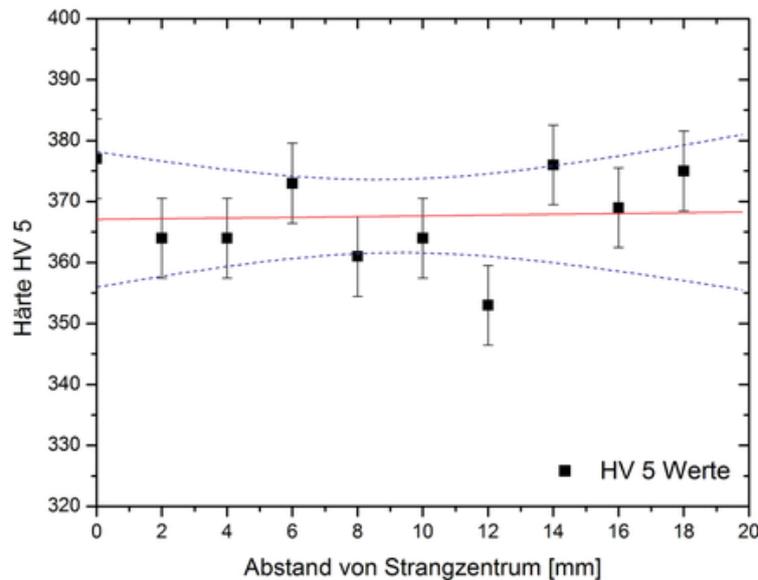


Abbildung 4-4: Auftragung des gemessenen Härteverlaufs ausgehend vom Zentrum über den Querschnitt eines Strangpressabschnitts. In schwarz sind jeweils die Mittelwerte aus 3 gemessenen Härtewerten und die Standardabweichung eingezeichnet. Die rote Kurve stellt den Mittelwert über alle Härtewerte und die blaue Kurve das 95 %ige Vertrauensintervall dar.

### 4.3. Mikrostrukturuntersuchungen an großtechnisch umgeformten Proben

Wie schon in Kapitel 3.1 erwähnt, wurden großtechnische Schmiedeversuche entweder über einen Stauchprozess oder über den Prozess des Flachdrückens durchgeführt. Diese Versuchsvariationen wurden gewählt, da für die Herstellung einer Turbinenschaufel über den Schmiedeprozess ähnliche Verfahren verwendet werden. Somit ist über die Durchführung von diesen Umformversuchen eine gute Möglichkeit gegeben, um Einflussfaktoren auf die Verformbarkeit zu studieren. Des Weiteren wurde Material aus diesen Versuchen verwendet, um Daten zu den mechanischen Eigenschaften zu generieren.

#### 4.3.1. Beschreibung und Beurteilung der Gefügebestandteile

Bei der Charakterisierung der Mikrostruktur der umgeformten Billets ist es sehr wichtig, die Abhängigkeit der Mikrostruktur von der Lage im Billet zu berücksichtigen.

Wie allgemein aus der Umformtechnik bekannt ist, bildet sich beispielsweise beim Stauchen einer Probe, bedingt durch Reibung und unterschiedliche Spannungszustände, ein so genanntes Schmiedekreuz in der Probe aus. Dies hat zur Folge, dass die Umformgrade innerhalb des Querschnitts der verformten Proben stark variieren, wodurch wiederum die Mikrostruktur stark beeinflusst wird. Dabei sind die auftretenden Umformgrade innerhalb des Querschnitts stark von der Geometrie des zu verformenden Billets, dem Endmaß und natürlich davon abhängig, ob es sich um ein Stauchen oder Flachdrücken handelt. In den folgenden Kapiteln soll darauf näher eingegangen werden.

#### **4.3.2. Mikrostruktur nach dem Stauchen**

Im folgenden Absatz soll die Mikrostruktur des gestauchten Billets mit der Bezeichnung B5.1 beschrieben werden. Dieses Billet wurde bei einer Temperatur von 1280°C mit einer Gesenkgeschwindigkeit von  $2 \text{ mms}^{-1}$  gestaucht. Mit Hilfe des Softwarepakets DEFORM wurde von S. Kremmer (Böhler Schmiedetechnik, Kapfenberg) eine FEM- Modellierung durchgeführt (Abbildung 4-5, oben). Diese Modellierung ist in Abbildung 4-5 mit REM- Aufnahmen aus den unterschiedlichen Bereichen in Korrelation gesetzt worden. In den Zonen mit den geringsten Umformgraden (Zone 1 und 6) haben die lamellaren Körner eine Ausdehnung  $> 100 \text{ }\mu\text{m}$  und sind dabei nahezu äquiaxial ausgebildet. Diese Körner werden dabei von einem feinen Saum aus rekristallisierten Körnern, mit einem Durchmesser von 2-5  $\mu\text{m}$ , umgeben. Die  $\beta$ -Phase ist hauptsächlich an Korngrenztripelpunkten sowie fein verteilt in dem rekristallisierten Saum zu finden. Die zeilenförmige Struktur aus dem stranggepressten Vormaterial ist auch in dem Bereich mit den niedrigsten Umformgraden verschwunden. Im Zentrum des Schmiedekreuzes (Zone 4 – 5) sind die lamellaren Körner feiner und parallel zur Richtung des Materialflusses ausgerichtet. Der Anteil der rekristallisierten Körner nimmt, entsprechend dem Umformgrad, stark zu. Aufgrund der verlangsamten Abkühlrate im Zentrum ist hier auch ein etwas größerer Lamellenabstand zu beobachten.

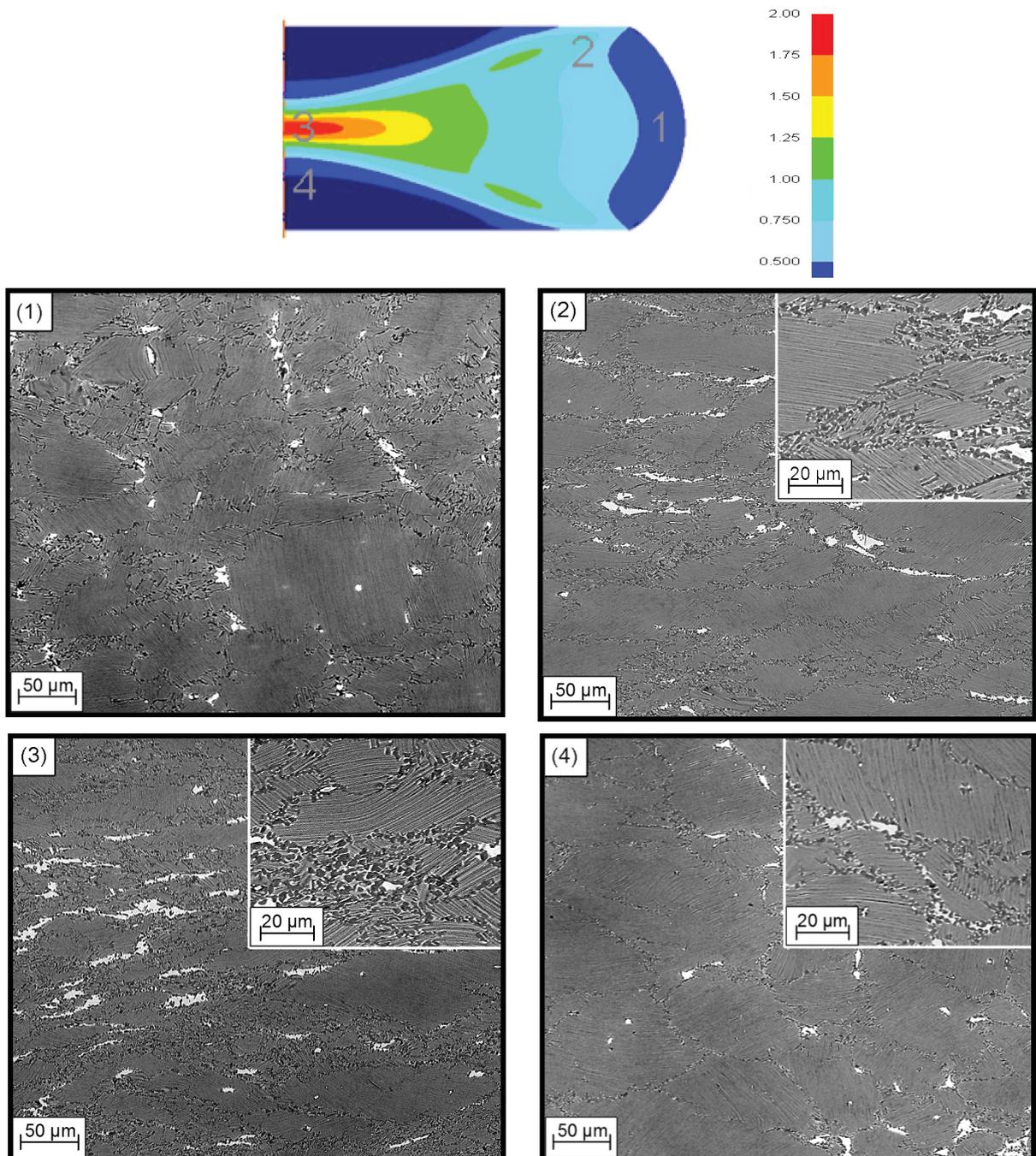


Abbildung 4-5: Vergleich der berechneten Umformgrade innerhalb eines gestauchten Billets aus einer FEM- Modellierung mit der Mikrostruktur des Billets B5.1 (Radialschliffe). Die Farbskala rechts gibt die effektive Dehnung an. Zone 1 und 4 Stellen dabei den Bereich geringster Umformung dar. Zone 3 jenen Bereich höchster Umformung.

#### 4.3.3. Mikrostruktur nach dem Flachdrücken

Die Abhängigkeit der Mikrostruktur vom vorliegenden Umformgrad innerhalb der Probe ist bei den bei 1280°C flachgedrückten Proben ähnlich ausgeprägt wie bei den gestauchten Proben. Jedoch geht aus der FEM- Modellierung hervor (Abbildung 4-6, oben), dass keine so hohen Verformungsmaxima vorliegen. Die in Abbildung 4-6 dargestellten Mikrostrukturaufnahmen des Billets B5.14 zeigen deutlich die

Unterschiede zwischen Rand und Zentrumsbereich auf. Die lamellaren Körner im Randbereich sind wiederum nahezu gleichachsig und weisen einen sehr geringen Lamellenabstand auf. Rekristallisierte Körner sind kaum zu sehen. Auch die  $\beta$ -Körner sind globular ausgebildet. Im Zentrum des Billets erkennt man im Querschliff eine starke Verformung der lamellaren Bereiche. Die Koloniegröße liegt dabei unter  $50\ \mu\text{m}$ , jedoch geht aus der Analyse des Flachschliffs hervor, dass die Ausdehnung in Längsrichtung, also parallel zur ursprünglichen Strangpressrichtung, größer ist. Der Anteil an rekristallisierten  $\gamma$ -Körner nimmt zum Zentrum hin stark zu. Die  $\beta$ -Körner sind dort feiner verteilt als in der Randzone und sind in Richtung des Materialflusses angeordnet. Daraus kann wiederum der Schluss gezogen werden, dass die  $\beta$ -Phase die Verformung durch eine Art „Schmierfilmwirkung“ positiv beeinflusst.

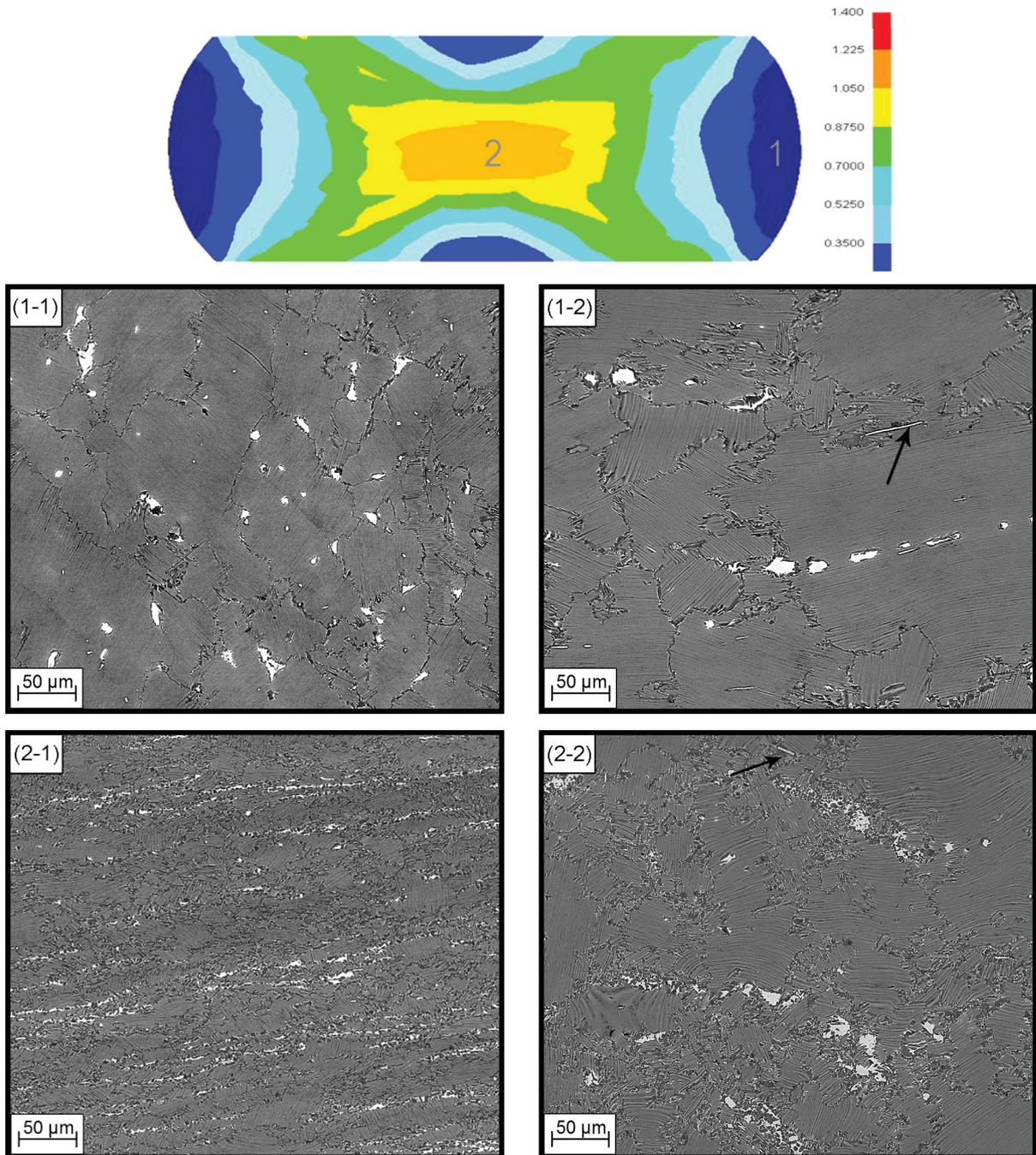


Abbildung 4-6: Vergleich der berechneten Umformgrade innerhalb eines flachgedrückten Billets aus einer FEM- Modellierung mit der Mikrostruktur des Billets B5.14. Die Farbskala rechts oben gibt die effektive Dehnung an Zone 1 – Bereich geringster Umformung: (1-1) Querschliff; (1-2) Flachschliff; Zone 2 – Bereich höchster Umformung: (2-1) Querschliff; (2-2) Flachschliff. In den Flachschliffen sind die mit Pfeilen markierten Boride sehr gut erkennbar.

#### 4.3.4. Beurteilung der Randzone der geschmiedeten Proben

In den oberflächennahen Bereichen aller untersuchten großtechnisch geschmiedeten Proben wurde eine Randzone mit einer maximalen Ausdehnung von

ca. 200  $\mu\text{m}$  beobachtet, die sich in ihrer Phasenzusammensetzung von der inneren Mikrostruktur der Proben stark unterscheidet. Es ist bekannt, dass Aluminium bei erhöhten Temperaturen rasch aus dem Grundmaterial abdampft. Verantwortlich dafür ist der hohe Dampfdruck von Aluminium. Beispielsweise beträgt dieser für eine  $\gamma$ -TiAl Legierung (Ti-45Al-2Mn-2Nb at.%) bei einer Temperatur von 1200°C für Al  $4,5 \times 10^{-6}$  atm und für Ti  $5 \times 10^{-10}$  atm [59]. Durch die Verarmung an Aluminium im Grundmaterial steigt gemäß dem Hebelgesetz der Anteil der spröderen  $\alpha_2$ -Phase. Es ist auch davon auszugehen, dass es bei erhöhten Temperaturen an der Oberfläche zur Bildung von flüchtigem Molybdänoxid kommt. Daraus resultiert eine weitere Phasenanteilsverschiebung. In den Gefügeaufnahmen in Abbildung 4-7 ist die Randzone mit den  $\alpha_2$ -stabilisierten Bereichen deutlich zu erkennen. Deutlich zu erkennen sind auch hellere Bereiche. Vermutlich liegt dort eine höhere Mo und Nb Konzentration vor und diese Zone weist daher auf ehemals vorhandene  $\beta$ -Körner hin, die ansonsten in der Randzone – in globularer Form - nicht mehr zu beobachten sind. Im Tangentialschliff der Randzone des Billets B5.5 (Abbildung 4-7 b) ist eine Gefügemorphologie zu sehen, die sehr stark der Morphologie eines typischen ( $\alpha$ + $\beta$ )-Gefüges von Ti – Legierungen ähnelt.

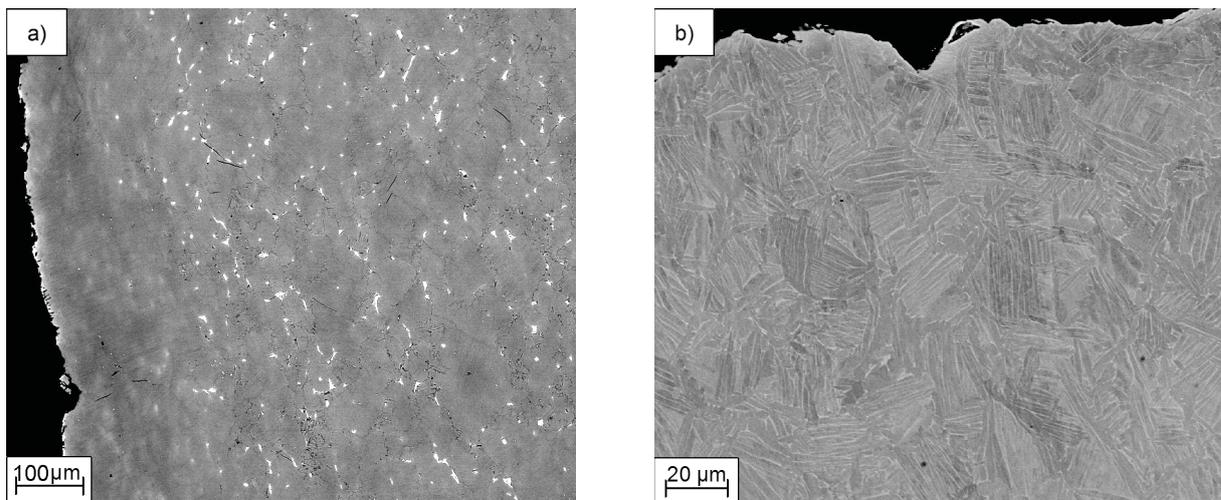


Abbildung 4-7: Rasterelektronenmikroskopische Gefügeaufnahmen im Rückstreumodus aus der Randzone des gestauchten Billets B5.5 (a) Radialschliff (b) Tangentialschliff.

#### 4.3.5. Risse in geschmiedeten Proben

Speziell bei gestauchten Proben traten zu Beginn der Umformversuche Risse am Umfang der Billets auf (siehe Abbildung 4-8 (a)). Diese Risse können auf mehrere Ursachen zurückgeführt werden und traten nach einem Optimierungsschritt bei nachfolgenden Versuchen nicht mehr auf. Verantwortlich für die Risse sind Zugspannungen, die im Umfangsbereich einer gestauchten Probe am höchsten sind.

Das Billet B5.5 wurde beispielsweise bei einer Temperatur von 1280°C mit einer Geschwindigkeit von 3 mms<sup>-1</sup> gestaucht. Erfahrungen aus Umformversuchen zeigten, dass derartige Umformgeschwindigkeiten beim konventionellen Schmieden einer TNB-V5 Legierungen [50] sehr kritisch sind. Zusätzlich tritt bei derart hohen Temperaturen das in Kapitel 4.3.4 erwähnte Phänomen einer an  $\alpha_2$ -Phase angereicherten Randzone auf, die zusätzlich versprödend wirkt. Daher ist in diesen Bereichen nur ein geringes Plastifizierungsvermögen vorhanden, welches, gepaart mit den höchsten auftretenden Zugspannungen, leicht zu Rissen führt. Die Risse können sich dann nahezu ungehindert entlang der länglichen lamellaren Phasengrenzen ausbreiten. Sie stoppen meist an der nächsten Korngrenze bzw. werden daran abgelenkt.

Zusätzlich zu den großen Rissen am Umfang konnten feine Oberflächenrisse beobachtet werden, die teilweise auch auf den Kontakt mit den Schmiedegesenken zurückgeführt werden können. Die Gesenke haben eine maximale Vorwärmtemperatur von 800°C. Dies führt an den Kontaktflächen zwischen Probe und Gesenk zu einer Abkühlung der Probe. Die Oberflächenrisse sowie ein Beispiel von besonders großen Umfangsrissen sind in Abbildung 4-8 (b) dargestellt.

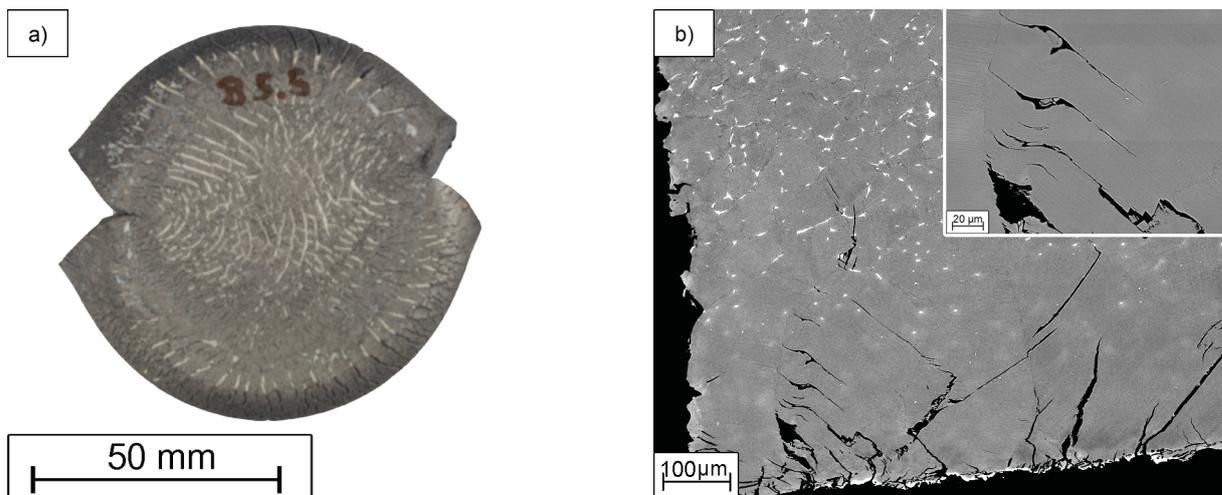


Abbildung 4-8: (a) Makroskopische Aufnahme des gestauchten Billets B5.5 mit feinen Oberflächenrisen an der ursprünglichen Kontaktzone mit dem Gesenk sowie großen Umfangsrissen. (b) Rissausbreitung innerhalb der Randzone (REM Gefügaufnahmen im Rückstreumodus).

#### 4.4. Wärmebehandlungsversuche an geschmiedeten Proben

Ziel der Wärmebehandlungsversuche war, die mikrostrukturellen Veränderungen in Abhängigkeit von Temperatur und Zeit zu studieren und diese mit dem vorgeschlagenen Phasendiagramm (Abbildung 4-1) zu vergleichen. Eine weitere Aufgabe der Wärmebehandlungsuntersuchungen war, eine geeignete Mikrostruktur

hinsichtlich Kriechbeständigkeit und Duktilität einzustellen. Daher wurden die Proben nach deren Auslagerung für jeweils eine Stunde bei der vorgegebenen Temperatur einer Luftabkühlung (Air Cooling – AC) unterzogen, da diese Art der Abkühlung in einem industriellen Prozess am leichtesten realisierbar ist. Für ein besseres Verständnis des Phasendiagramms wäre es jedoch notwendig, Wärmebehandlungen mit einer nachfolgenden Wasserabschreckung durchzuführen, um die bei der jeweiligen Temperatur vorliegenden Phasenverhältnisse sozusagen einfrieren zu können. Diese Untersuchungen wurden dann in der Diplomarbeit von B. Böck durchgeführt und können dort nachgelesen werden [57].

#### 4.4.1. Variation der Wärmebehandlungstemperatur bis $T_{\alpha}$

Bei der Variation der Wärmebehandlungstemperatur wurde ursprünglich das Hauptaugenmerk darauf gelegt, ein möglichst kriechbeständiges Gefüge einzustellen. Eine optimale Kriechbeständigkeit wird dabei über ein volllamellares Gefüge (vergl. Kapitel 2.1.2) erzielt. Bei der neu entwickelten TNM Legierung galt es jedoch zusätzlich den Anteil der – für die Umformung wichtigen –  $\beta$ /B2-Phase zu minimieren, da diese, bedingt durch die kubische Struktur und aufgrund der Lage an Korngrenzen und Tripelpunkten durch Korngrenzengleiten einen negativen Einfluss auf das Kriechverhalten verursacht [13, 60, 61]. Im weiteren Verlauf der Diplomarbeit verlagerte sich die Gewichtung der Anforderungen an die mechanischen Eigenschaften dahingehend, dass eine Mikrostruktur welche ein Mindestmaß an Duktilität kombiniert mit einer guten Kriechbeständigkeit versprach, eingestellt werden sollte. In Abbildung 4-9 (a) – (d) sind Mikrostrukturaufnahmen von wärmebehandelten Proben des flachgedrückten Strangpresslings FD05 der Charge 73300 mit einem Al-Gehalt von 43,4 at.% zu sehen. Die mittels DSC-Messungen bestimmte  $\alpha$ -Transustemperatur des Probenmaterials lag bei ca. 1250°C. Die REM-Aufnahmen sind jeweils aus jenem Bereich der Probe der vor der Wärmebehandlung die stärkste Umformung erfuhr. Die Glühzeit vor der Luftabkühlung betrug jeweils eine Stunde.

Bei einer Temperatur von 1210°C (a) erhält man ein Duplexgefüge mit globularen  $\gamma$ - und  $\beta$ /B2-Körnern. Die lamellaren Körner sind mit einer Korngröße von ca. 9  $\mu\text{m}$  nur geringfügig größer als die restlichen Gefügebestandteile. Bei einer Erhöhung der Temperatur bis 1250°C (b) – (d) vermindert sich der Anteil der globularen  $\gamma$ - und  $\beta$ /B2-Körner kontinuierlich. Die lamellaren  $\alpha_2/\gamma$ -Körner wachsen auf eine mittlere Korngröße von 30  $\mu\text{m}$  an. Globulare  $\gamma$ -Körner sind über 1240°C nicht mehr zu beobachten (d). Entgegen der Ergebnisse aus den DSC-Untersuchungen bleiben jedoch die  $\beta$ /B2-Körner in der Gefügemorphologie auch bei einer Wärmebehandlung im Bereich von  $T_{\alpha}$  bestehen und werden nur anteilmäßig weniger. Dadurch werden bei Temperaturen um oder über  $T_{\alpha}$  die  $\alpha$ -Körner in ihrem Wachstum durch einen

Zener-Drage Mechanismus behindert. Durch die relativ rasche Abkühlung der Proben ( $50 \times 10 \times 20 \text{ mm}^3$ ) bilden sich die lamellaren Bereiche derart fein aus, dass sie erst bei 1500facher Vergrößerungen auflösbar sind.

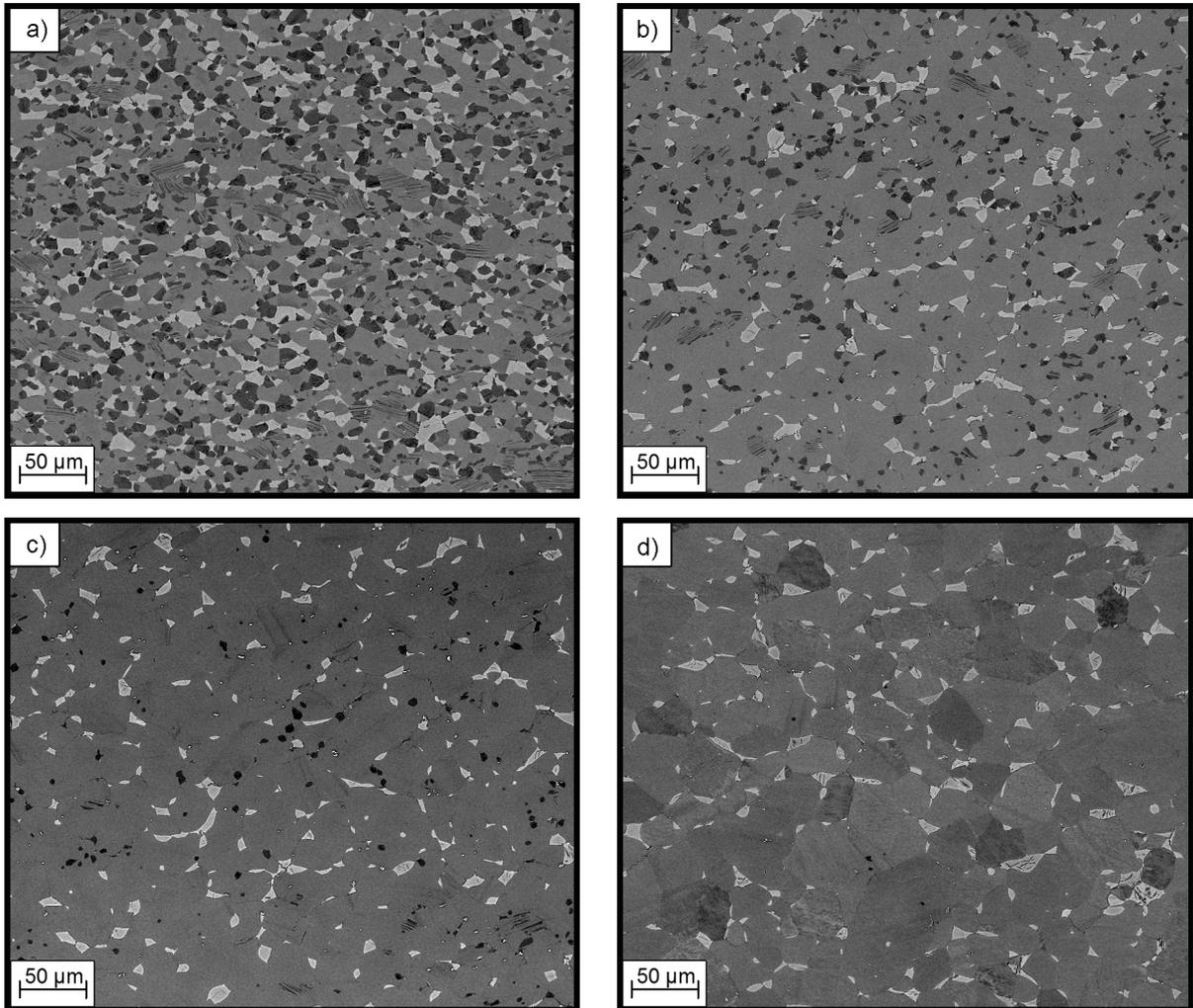


Abbildung 4-9: Mikrostrukturausbildung in Abhängigkeit von der Wärmebehandlungstemperatur (a) 1210°C; (b) 1230°C; (c) 1240°C; (d) 1250°C. Die Glühzeit betrug jeweils eine Stunde. Danach wurden die Proben an Luft auf Raumtemperatur abgekühlt. (REM Gefügeaufnahmen im Rückstreumodus an Querschliffen) Pancake FD05 Charge 73300.

Zusammenfassend soll festgehalten werden, dass durch eine Wärmebehandlung in der Nähe der  $\alpha$ -Transustemperatur der  $\beta$ /B2-Phasenanteil minimal wird, jedoch durch eine einstündige Auslagerung nicht vollständig verschwindet. Durch die vorgenommene Wärmebehandlung wird ein Gefüge aus  $\alpha_2/\gamma$ -Lamellenkolonien eingestellt an deren Tripelpunkten Reste der  $\beta$ /B2-Phase vorhanden sind. Somit wäre dieses Gefüge optimal kriechbeständig. Für eine Erhöhung der Duktilität muss jedoch die Wärmebehandlungstemperatur abgesenkt werden, um ein Duplexgefüge mit  $\beta$ -Phasenanteilen zu erzeugen (s. a. Kapitel 2.1.2 u. 2.1.3).

#### 4.4.2. Variation der Wärmebehandlungstemperatur über $T_c$

Aus den thermodynamischen Berechnungen (vergl. Kapitel 4.1 und Veröffentlichung 1 im Anhang) ist ersichtlich, dass sich über der  $\alpha$ -Transustemperatur ein  $(\alpha+\beta)$ -Zweiphasenraum befindet. Diese Vorhersage stimmt auch mit den Mikrostrukturuntersuchungen überein. In Abbildung 4-10 (a) ist die Mikrostruktur nach einer Wärmebehandlung bei  $1260^\circ\text{C}$  ( $= T_c + 10^\circ\text{C}$ ) dargestellt. Im Vergleich zu Glühungen bei etwas niedrigeren Temperaturen sieht man, dass die  $\beta/\text{B2}$ -Körner anteilmäßig wieder mehr werden und aus den Tripelpunkten heraus auch an den Korngrenzen der  $\alpha$ -Körner (die sich unter  $T_c$  zu lamellaren Bereichen umwandeln) wachsen. Innerhalb des Zweiphasenraums wird der  $\beta/\text{B2}$ -Phaseanteil entsprechend dem Hebelgesetz immer größer. Als Konsequenz daraus muss die Korngröße der  $\alpha$ -Körner daher abnehmen (siehe Abbildung 4-10 (a) – (c)). Bei einer Temperatur von  $1350^\circ\text{C}$  (d) kann man davon ausgehen, dass die Mengenanteile der  $\alpha$ - und  $\beta$ -Phase ca. gleich groß gewesen sein müssen. Aufgrund der Phasenanteilsverschiebungen bei der Abkühlung auf Raumtemperatur sind die ursprünglichen  $\beta/\text{B2}$ -Körner nur noch als „Skelettstruktur“ zu beobachten. Diese Zersetzung der  $\beta/\text{B2}$ -Körner ist auch bei niedrigeren Wärmebehandlungstemperaturen zu sehen, wobei das Ausmaß der Zersetzung eine Funktion aus Abkühlgeschwindigkeit und der Differenz der Phasenanteile ist. Wird die Glühtemperatur bis auf  $1450^\circ\text{C}$  erhöht (e), befindet man sich laut thermodynamischer Vorhersage im  $\beta$ -Einphasengebiet. Die Struktur, die sich während der Luftabkühlung zu Raumtemperatur ausgebildet hat, und die in Abbildung 4-10 (e) zu sehen ist, stimmt dabei sehr gut mit der theoretischen Erklärung zur Gefügebildung der Körner aus überein (siehe Abbildung 2-9).

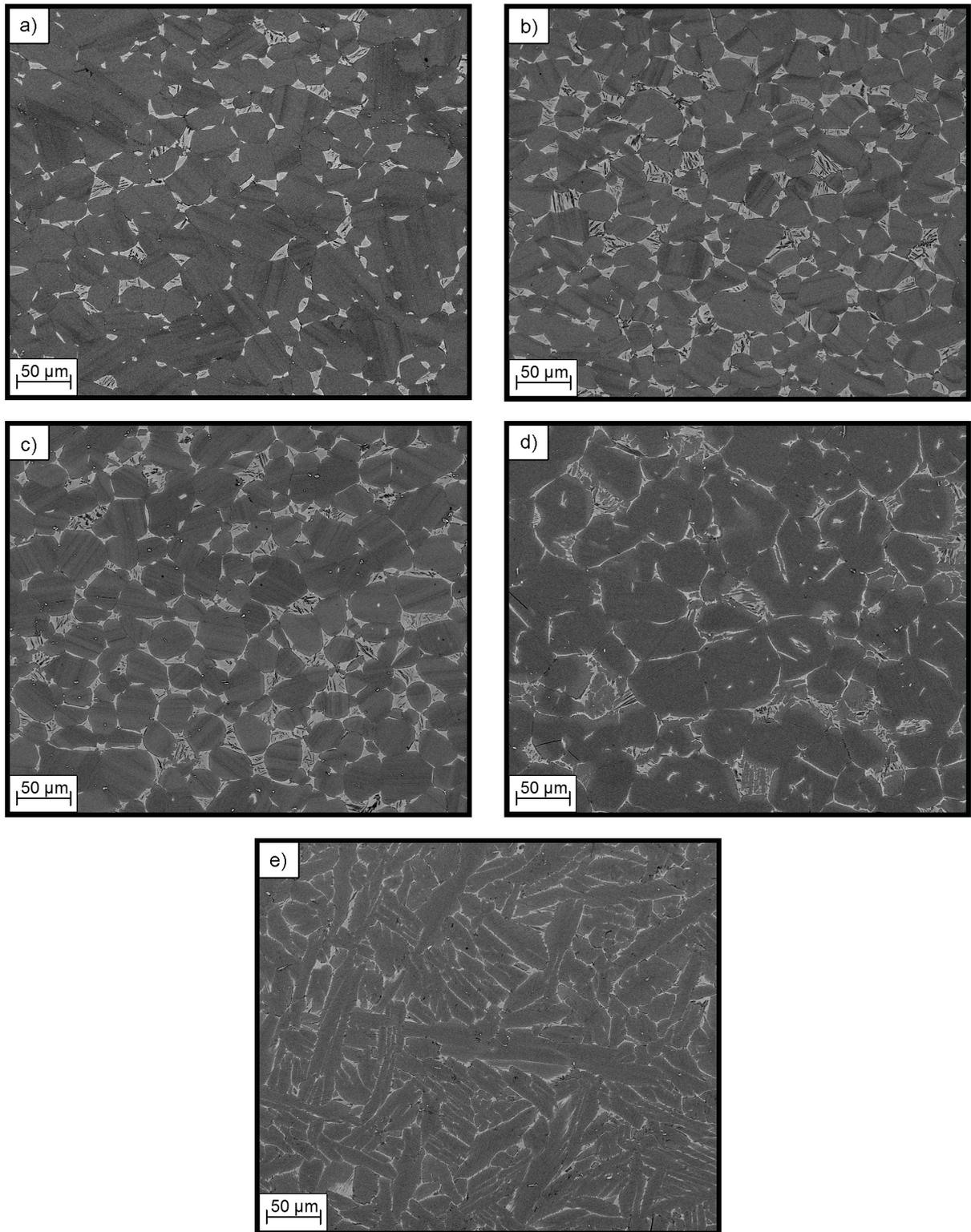


Abbildung 4-10: Mikrostrukturausbildung in Abhängigkeit von der Wärmebehandlungstemperatur (a) 1260°C; (b) 1280°C; (c) 1300°C; (d) 1350°C; (e) 1450°C. Die Glühzeit betrug jeweils eine Stunde. Danach wurden die Proben an Luft auf Raumtemperatur abgekühlt. (REM Gefügeaufnahmen im Rückstreumodus an Querschliffen) (a) – (c) Pancake FD05 Charge 73300; (d) – (e) St03 Charge 56531.

#### 4.4.3. Variation der Haltezeit

Dadurch dass die  $\beta/B2$ -Phase sehr reich an Molybdän und Niob ist [3], kann man davon ausgehen, dass ihre Umwandlung und Auflösung im Vergleich zu den anderen Phasen sehr langsam abläuft. Die bestimmenden Faktoren bei der Umwandlungskinetik ist dabei die Diffusionsrate von Molybdän und Niob, die unter anderem stark von der Temperatur abhängig ist. Ausgehend von den Ergebnissen der thermodynamischen Berechnungen und den durchgeführten DSC-Untersuchungen (Kapitel 4.1) lag die Vermutung nahe, dass über der  $\alpha$ -Transuslinie ein  $\alpha$ -Einphasenraum vorhanden ist. Diese Vermutung konnte jedoch durch die einstündigen Wärmebehandlungen nicht eindeutig bestätigt werden. Um jedoch mehr über die Umwandlungskinetik der  $\beta/B2$ -Phase und deren Einfluss auf das Kornwachstum der  $\alpha$ -Körner zu lernen, wurden Wärmebehandlungen bei Temperaturen von 1275°C, 1290°C und 1305°C (=  $T_\alpha+15$ ,  $T_\alpha+30$ ,  $T_\alpha+45$ ) jeweils mit einer Haltezeit von ein und fünf Stunden, gefolgt von einer Luftabkühlung, durchgeführt. Die Mikrostrukturen dieser Untersuchungen sind in Abbildung 4-11 dargestellt. Bei einer Temperatur von 1275°C (a) + (b) befindet man sich in jenem Bereich bei der für die untersuchte Charge die obere Grenze des  $\alpha$ -Einphasenraum erwarten wird. Die  $\beta/B2$ -Phase wird hier jedoch auch noch nach einer fünfständigen Wärmebehandlung beobachtet (b). Es konnten jedoch Bereiche beobachtet werden, in denen keine  $\beta/B2$ -Phase mehr vorhanden ist. In diesen Bereichen wurde eine Vergrößerung der  $\alpha$ -Körner beobachtet. Dies bedeutet, dass die Auflösung der  $\beta/B2$ -Phase sehr langsam vor sich geht. Ergänzende Untersuchungen die nicht mehr im Rahmen dieser Arbeit durchgeführt wurden haben die Existenz eines  $\alpha$ -Einphasenraumes innerhalb des untersuchten Temperaturbereichs eindeutig belegt. Diese Untersuchungen haben teilweise im Rahmen der Diplomarbeit von B. Böck stattgefunden und sind dort nachzulesen [57]. Bei weiterer Erhöhung der Temperatur wurde ein inverser Effekt beobachtet, das heißt bei einer fünfständigen Wärmebehandlung wird der Phasenanteil an  $\beta/B2$ -Phase größer und die Korngröße der  $\alpha$ -Körner sinkt (c) – (f).

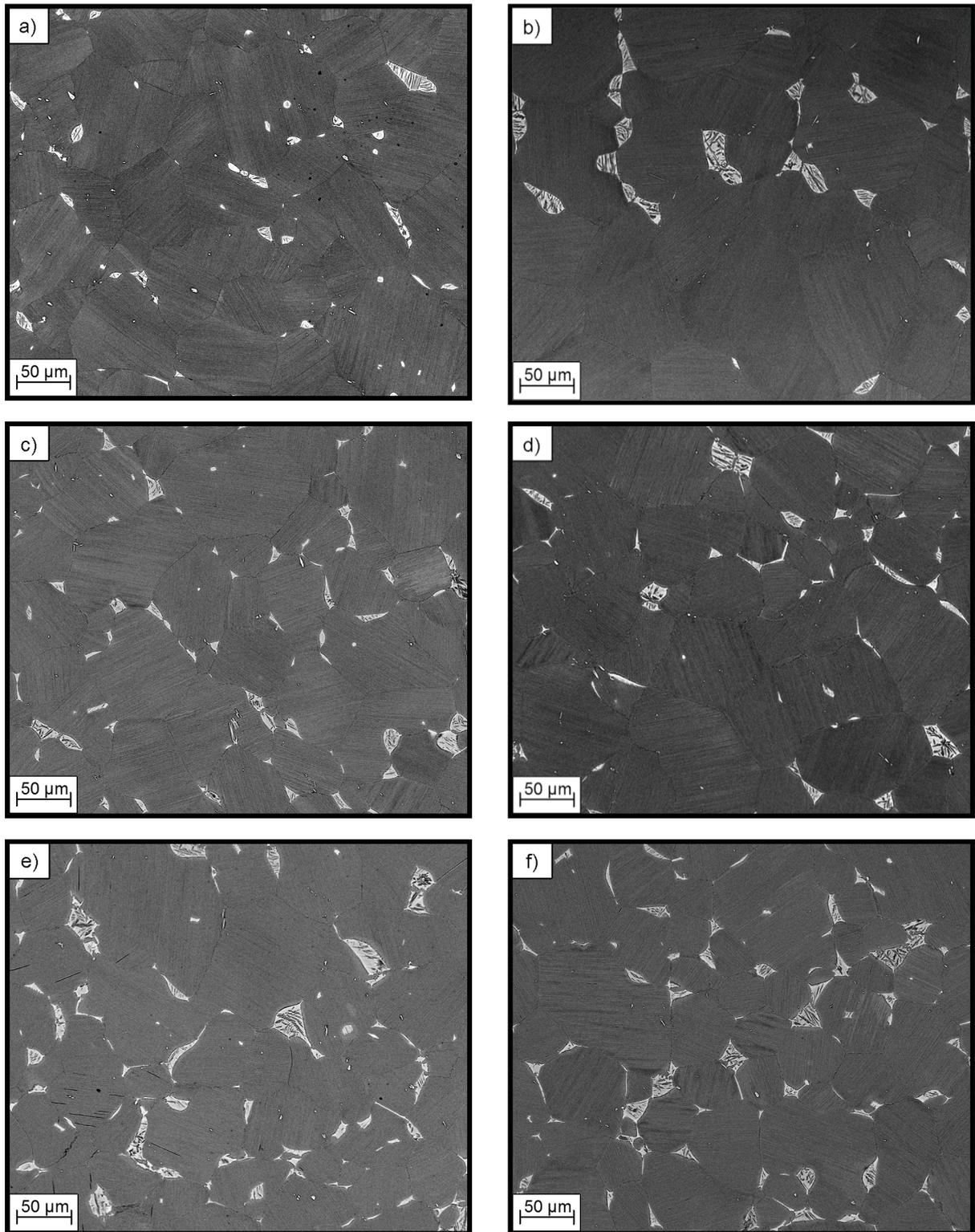


Abbildung 4-11: Mikrostrukturausbildung in Abhängigkeit von der Wärmebehandlungstemperatur und Auslagerungszeit (a) 1275°C – 1h; (b) 1275°C – 5h; (c) 1290°C – 1h; (d) 1290°C – 5h; (e) 1310°C – 1h; (f) 1310°C – 5h. (REM Gefügeaufnahmen im Rückstreumodus an Radialschliffen) Material der Charge 56531 Proben St 03/ 04.

## 4.5. Zweistufige Wärmebehandlungen

Aus der Überlegung eine Mikrostruktur einzustellen die möglichst ausgewogene Eigenschaften im Bezug auf Duktilität und Kriechbeständigkeit aufweist, wurde, wie schon weiter oben beschrieben, eine Wärmebehandlung im Dreiphasenraum ( $\alpha+\gamma+\beta$ ) als Erfolg versprechend angesehen. Nach einer derartigen Wärmebehandlung ist jedoch der  $\beta/B2$ -Phasenanteil relativ groß. Für den angedachten Temperaturbereich in dem das Material später zum Einsatz kommen soll ist es auch sehr wichtig, dass eine gewisse thermodynamische Stabilität vorhanden ist. Das bedeutet, die Mikrostruktur und damit die Eigenschaften dürfen sich nicht unter Einsatzbedingungen verändern. Um einer derart fatalen Möglichkeit entgegen zu wirken, wurde ein zweiter Glühschritt, eine so genannte Stabilisierungswärmebehandlung, durchgeführt. Dabei soll einerseits der  $\beta/B2$ -Phasenanteil an das thermodynamische Gleichgewicht angepasst werden. Zusätzlich können durch diese Wärmebehandlung, die unterhalb der eutektoiden Umwandlungstemperatur mit einer angeschlossenen Ofenabkühlung erfolgt, innere Spannungen abgebaut werden. In Abbildung 4-12 (a) ist die Mikrostruktur nach dem ersten Wärmebehandlungsschritt bei 1230°C/ 1h und abschließender Luftabkühlung zu sehen. Wird an diesen ersten Wärmebehandlungsschritt nun noch eine Ausgleichswärmebehandlung (Stabilisierungswärmebehandlung) angeschlossen, ist deutlich zu erkennen, dass es, in Abhängigkeit von der Höhe der Auslagerungstemperatur, zu einer unterschiedlich starken Umwandlung des Gefüges kommt. Bei einer Auslagerungstemperatur von 850°C (b) ist in den  $\beta/B2$ -Körnern, wie schon von Auslagerungsversuchen bei Temperaturen über  $T_c$  bekannt, eine weitere Phase zu erkennen, die in die  $\beta/B2$ -Körner hineinwächst. Diese Phase konnte mittels EBSD-Messungen als  $\gamma$ -TiAl identifiziert werden. Des Weiteren kann man an den Korngrenzen eine beginnende Umwandlungsstruktur erkennen. Bei einer Erhöhung der Auslagerungstemperatur (bei konstanter Auslagerungszeit) wächst diese Umwandlungsstruktur, ausgehend von Koloniegrenzen und den  $\beta/B2$ -Körnern, in das lamellare Gefüge hinein (c) + (d). Diese Umwandlungsstruktur zeigt dabei eine starke Ähnlichkeit mit der Struktur einer diskontinuierlichen Ausscheidung [62]. Die Zersetzung der  $\beta/B2$ -Körner ist im Vergleich zu niedrigeren Temperaturen nicht wesentlich ausgeprägt, da der  $\beta/B2$ -Phasenanteil laut thermodynamischer Vorhersage wieder größer wird. Die Untersuchung der Zersetzungsstruktur wird in einer derzeit laufenden Diplomarbeit von L. Drössler untersucht [63].

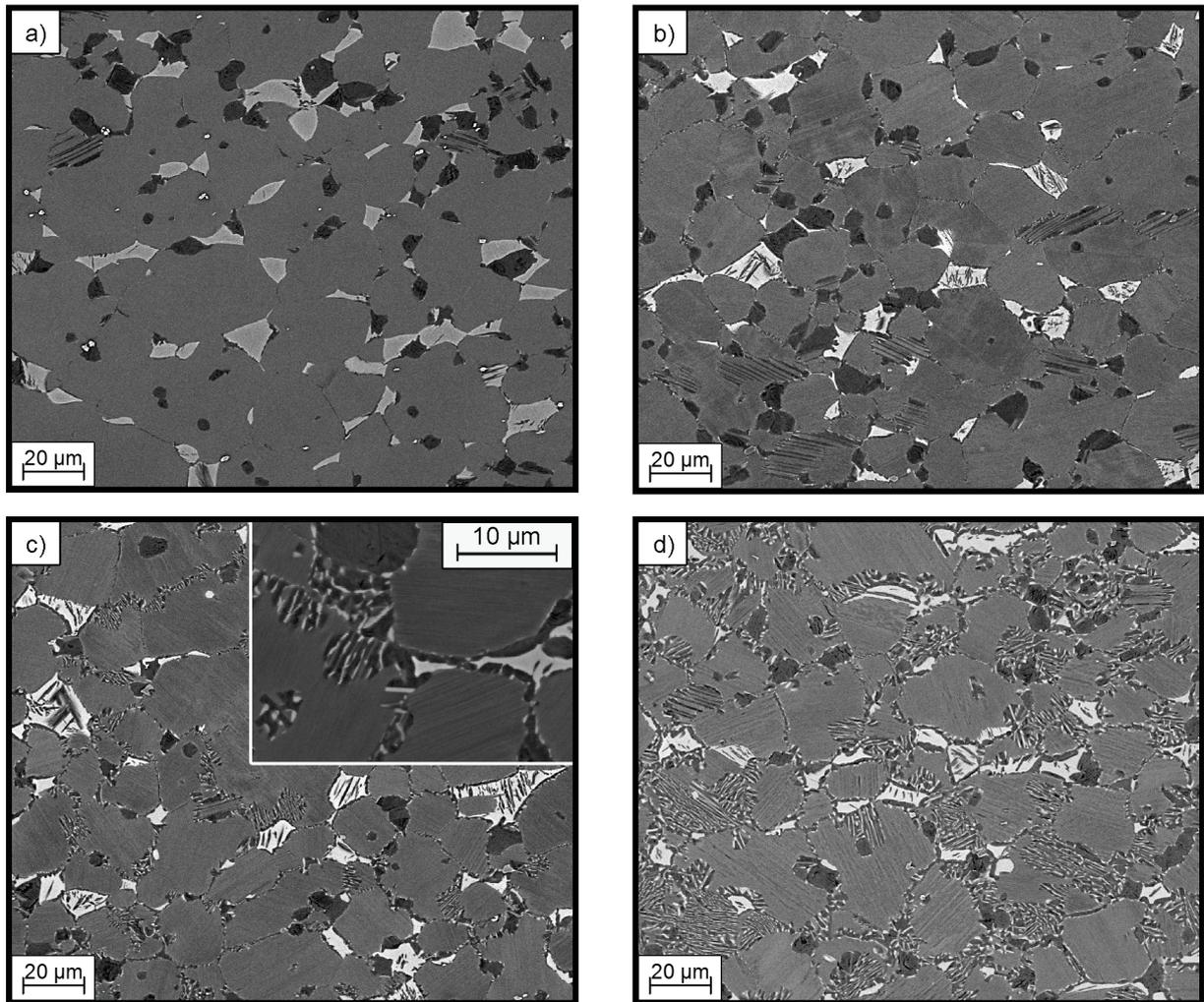


Abbildung 4-12: Rasterelektronenmikroskopische Mikrostrukturaufnahme mit Rückstreukontrast von Proben des Pancakes FD05 der Charge 73300 nach einer Wärmebehandlung von 1230°C/1h/AC (a); 1230°C/1h/AC + 850°C/6h/FC (b); 1230°C/1h/AC + 900°C/6h/FC (c); 1230°C/1h/AC + 950°C/6h/FC (d).

#### 4.5.1. Langzeitglühungen in der Höhe der Einsatztemperatur

Um feststellen zu können inwieweit sich die Mikrostruktur während einem Einsatz im Triebwerk verändert, wurden Langzeitglühungen durchgeführt. An den Proben wurde zuvor durch eine Wärmebehandlung bei einer Temperatur von 1270°C ein volllamellares Gefüge eingestellt. Anschließend wurden Proben bei einer angenommenen maximalen Einsatztemperatur von 800°C bis zu 3000 Stunden ausgelagert (Abbildung 4-13). In den Aufnahmen sind wiederum entlang der Korngrenzen Umwandlungsstrukturen zu erkennen. Jedoch verändert sich der Anteil dieser Strukturen über die Zeit nur minimal. Dabei sollte jedoch berücksichtigt werden dass diese Untersuchungen an Material der Charge 56531 durchgeführt wurden, die mit einem durchschnittlichen Aluminiumgehalt von 43,9 at.% einen im Vergleich zu Charge 73300 geringeren Anteil an  $\beta$ /B2-beinhaltet. Dadurch ist es auch möglich, dass sich diese Proben eher im thermodynamischen Gleichgewicht

befinden und somit die Triebkraft für eine mögliche Gefügestabilität geringer ist. Eine Umwandlung der  $\beta$ /B2-Phase in die  $\omega$ -Phase konnte mittels XRD-Messungen nicht nachgewiesen werden.

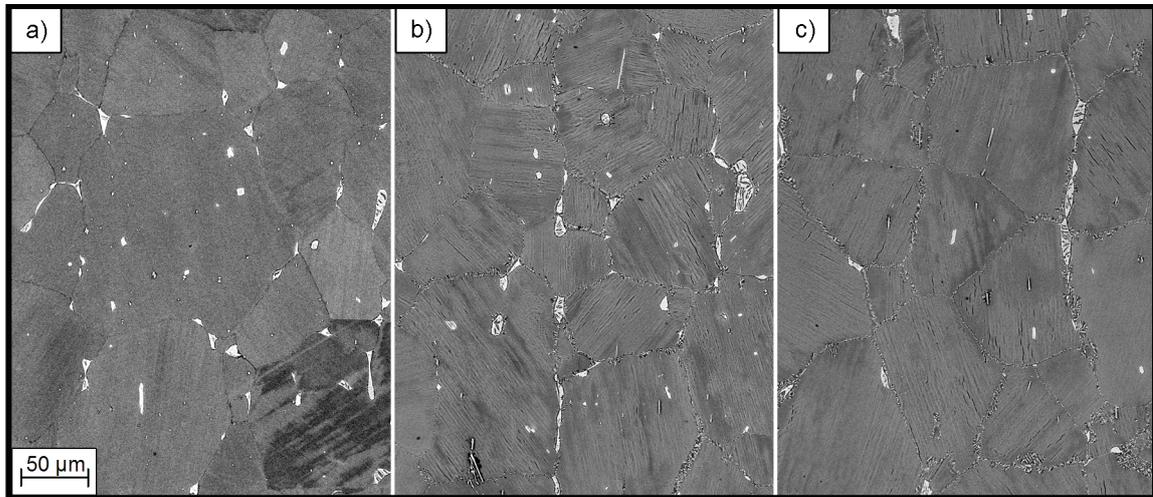


Abbildung 4-13: Rasterelektronenmikroskopische Mikrostrukturaufnahme mit Rückstreukontrast von Proben des Pancakes B5.12 der Charge 56531 nach einer Auslagerung bei 1270°C/1h/AC und einer nachfolgenden Langzeitwärmebehandlungen. (a) 800°C – 1000h; (b) 800°C – 2000h; (c) 800°C – 3000h.

## 4.6. Kleintechnische Versuche am Umformdilatometer

Die Warmumformeigenschaften eines Materials werden von vielen Faktoren beeinflusst. Wesentliche Faktoren sind dabei die Umformgeschwindigkeit sowie die Umformtemperatur. Da die im Material ablaufenden Erholungs- und Rekristallisationsmechanismen stark von diesen beiden Parametern abhängig sind, hängt auch die Höhe der auftretenden Fließspannung ( $k_F$ ), die notwendig ist um das Material plastisch zu verformen, von diesen Parametern ab. Die Fließspannung und somit auch die Umformbarkeit werden auch signifikant von den bei der jeweiligen Temperatur vorliegenden Phasen und deren Anteilen beeinflusst.

Um diese Zusammenhänge für die vorliegende Legierung zu erfassen, wurden innerhalb einer Testmatrix (siehe Kapitel 3.4). Versuche am Umformdilatometer durchgeführt.

### 4.6.1. Beschreibung der Fließkurven

Der Beginn der gemessenen Fließkurven bei der untersuchten Legierung ist durch ein ausgeprägtes Fließspannungsmaximum gekennzeichnet (siehe Abbildung 4-14). Dieses Phänomen ist aus der Warmumformung von  $\beta$ -Titan und Zirkon Legierungen bekannt. Dabei werden als Erklärung für dieses Phänomen unterschiedliche Ursachen genannt. Bei niedrigen Umformraten, wie sie auch hier vorliegen, wird

beschrieben dass der Fließspannungspeak von der Anzahl und dem Radienverhältnis der gelösten Atome abhängt. Dabei geht man in der statischen Theorie davon aus, dass die Versetzung an den gelösten Atomen entsprechend einer Mischkristallverfestigung zuerst gepinnt werden und sich erst beim Erreichen des Maximums losreißen können. Eine Zusammenfassung zu den unterschiedlichen Ansätzen die dieses Phänomen erklären ist in [64, 65] gegeben. Für ein genaueres Verständnis zur Aufklärung der Ursache dieses Maximums in der untersuchten TNM-Legierung sind weitere Untersuchungen notwendig.

Der weitere Abfall der Fließspannung, anschließend an den „Fließspannungspeak“, ist eine Folge dynamischer Rekristallisationsprozesse, die zu einer Kornfeinung führen.

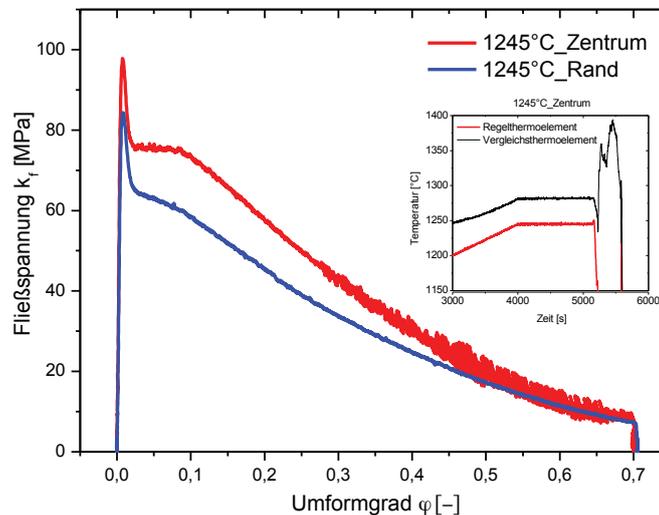


Abbildung 4-14: Aufgenommener Fließkurvenverlauf bei einer Umformtemperatur von 1245°C. Zusätzlich sind die Temperaturaufzeichnungen der beiden Thermoelemente zu sehen.

#### 4.6.2. Temperaturabhängigkeit der Fließkurven

Wie schon in der Einleitung zu diesem Kapitel angedeutet, hängt das Umformvermögen bei der Warmumformung von mehreren Faktoren ab. Grundsätzlich kann davon ausgegangen werden, dass durch eine Erhöhung der Umformtemperatur die Fließspannung ( $k_F$ ) sinkt, da nicht konservative Versetzungsbewegungen thermisch aktivierte Prozesse sind und daher eine starke Temperaturabhängigkeit aufweisen. Speziell für Legierungen, die einen großen Anteil an komplex aufgebauten Phasen, wie z. B. die hexagonale  $\alpha_2$ -Phase, beinhalten, ist diese nicht konservative Versetzungsbewegung enorm wichtig. Dieser mit steigender Temperatur abnehmende Fließspannungstrend wurde auch in der Arbeit von W. Klauber bestätigt [50]. Bei der untersuchten TNM-Legierung versprach man sich eine besonders gute Umformbarkeit aufgrund der zusätzlich vorhandenen  $\beta$ -Phase. Dies

wird klar, wenn man die ermittelten Fließspannungsmaxima mit jenen einer konventionellen TNB-Legierung [50] vergleicht. Dabei liegen die Werte lediglich bei einer Verformung im Bereich der  $\alpha$ -Transustemperatur auf einem ähnlichen Niveau. Wobei erwähnt werden muss, dass  $T_\alpha$  bei der untersuchten TNB-Legierung bei 1290°C, bei der TNM-Legierung aber bei ca. 1260°C liegt. Dadurch ergibt sich der zusätzliche Vorteil, dass bei einem angestrebten konventionellen Schmiedeverfahren die Problematik der Al- und Mo-Abdampfung weniger stark zum Tragen kommt. Der Verlauf der Fließspannung in Abhängigkeit von der Temperatur ist in Abbildung 4-15 dargestellt. Man erkennt dabei, wie bereits erwähnt, ein ausgeprägtes Maximum im Bereich von  $T_\alpha$ . Dieses Phänomen wird auf das in diesem Bereich auftretende Minimum der  $\beta$ -Phase und ein mögliches  $\alpha$ -Einphasengebiet zurückgeführt. Die ausgezeichnete Verformungseigenschaft der  $\beta$ -Phase wird auch durch die extrem niedrigen Fließspannungen bei einer Umformtemperatur von 1300°C bestätigt. Entsprechend dem berechneten Phasendiagramm und den durchgeführten Mikrostrukturuntersuchungen befindet man sich bei dieser Temperatur im ( $\alpha+\beta$ )-Zweiphasenraum. Bei einer Umformtemperatur von 1245°C liegen die Fließspannungen bei niedrigen Umformgeschwindigkeiten im selben Bereich wie jene bei einer Temperatur von 1300°C.

Dieses Verhalten kann durch den „C-förmigen“ Verlauf der  $\beta$ -Phase als Funktion der Temperatur erklärt werden, denn unterhalb der  $\beta$ -Minimum-Temperatur nimmt der Anteil der  $\beta$ -Phase wieder zu. Dieses Ergebnis konnte bereits dazu genutzt werden die Schmiedetemperatur bei dem industriell eingesetzten großtechnischen Verfahren abzusenken, wodurch die Gesenke geschont werden und zusätzlich die Ausbringung erhöht werden konnte, da weniger Proben aufgrund der verminderten Al- und Mo- Abdampfung aufgerissen sind. Weitere Details zum Zusammenhang zwischen Fließverhalten in Abhängigkeit der Umformtemperatur und der zugehörigen Mikrostruktur sind in Veröffentlichung 4, im Anhang, nachzulesen.

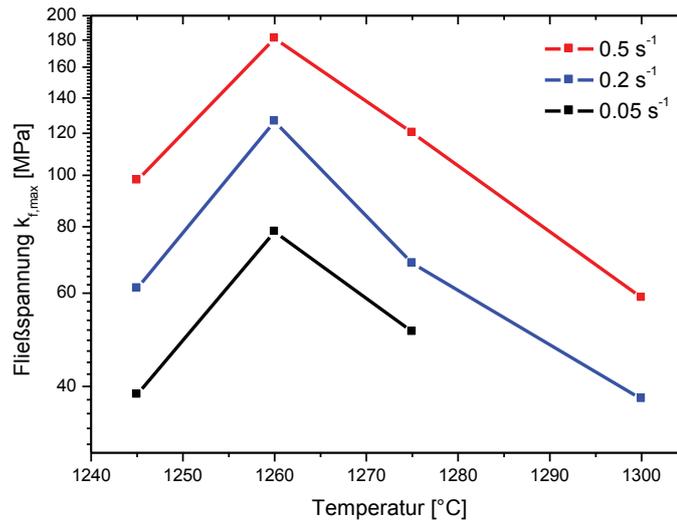


Abbildung 4-15: Abhängigkeit der Fließspannung der TNM-Legierung von Temperatur und Umformrate.  $K_f$  ist im logarithmischen Maßstab aufgetragen.

#### 4.6.3. Geschwindigkeitsabhängigkeit der Fließkurven

Bei einer Umformung mit einer Umformrate von  $0,5 \text{ s}^{-1}$  ist die Fließspannung bei  $1245^\circ\text{C}$  mehr als doppelt so hoch als jene bei einer Umformrate von  $0,05 \text{ s}^{-1}$  (Abbildung 4-16). Dieses Verhalten kann wiederum durch die thermische Aktivierung der Versetzungsbewegungen erklärt werden, die mit einer endlichen Geschwindigkeit abläuft. Bei allen Umformtemperaturen kann ein sehr ähnliches lineares Verhalten beobachtet werden. Daher kann darauf rückgeschlossen werden, dass sich die zugrunde liegenden Verformungsmechanismen und deren Aktivierung bei allen Temperaturen gleich ist.

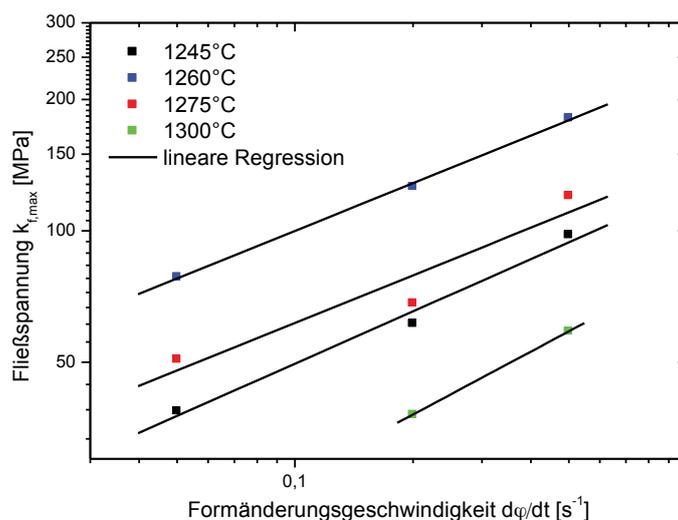


Abbildung 4-16: Abhängigkeit der Fließspannung von der Umformgeschwindigkeit bei unterschiedlichen Umformtemperaturen (logarithmische Auftragung).

#### 4.6.4. Positionsabhängigkeit der Fließkurven

Wie schon in Kapitel 4.2.2 beschrieben, ist die Mikrostruktur in den Randbereichen des stranggepressten Halbzeugs feiner als die Mikrostruktur in den Zentrumsbereichen. Diese Beobachtung spiegelt sich auch in den ermittelten Fließspannungswerten aus Zentrums- und Randlagen wider (siehe Abbildung 4-17). Man kann eindeutig erkennen, dass Proben aus Randlagen immer eine geringere Fließspannung aufweisen. Diesen Effekt kann man dadurch erklären, dass sich feinere Körner besser an die von außen aufgezwungene Verformung, anpassen können. Dieser Effekt wird dadurch hervorgerufen, dass statistisch gesehen mehr Gleitsysteme in einer „günstigen“ Lage orientiert sind. Zusätzlich werden in Zentrumsbereichen von stranggepressten Material zum Teil größere Lamellenpakete beobachtet, die sich besonders schwer umformen lassen. Auffällig ist wiederum, dass die Fließspannungsdifferenz zwischen Rand und Zentrum im Bereich der  $\alpha$ -Transustemperatur besonders groß ist. Die Erklärung dafür ist wiederum durch das Minimum der  $\beta$ -Phase gegeben, die besonders bei größeren, schlecht verformbaren  $\alpha$ -Körnern wie ein „Schmierfilm“ wirkt. Dieser „Schmierfilm“ ist jedoch in Bereich von  $T_\alpha$  nicht bzw. kaum mehr vorhanden.

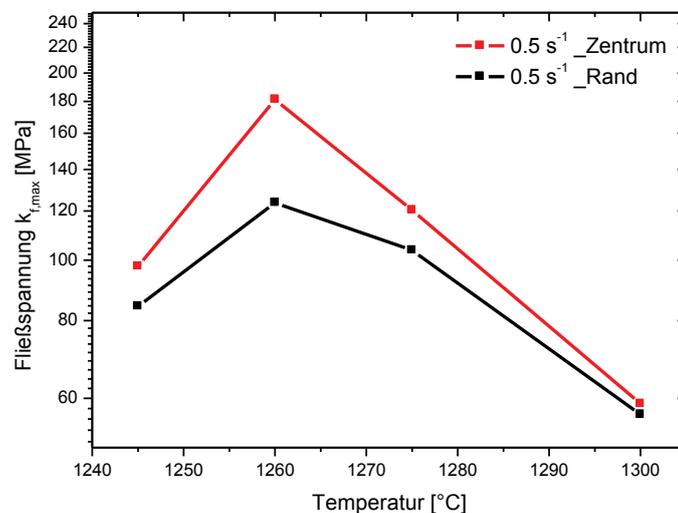


Abbildung 4-17: Abhängigkeit der Fließspannungsmaxima von Rand- und Zentrums-Lage bei konstanter Umformrate.

## 4.7. Veränderung der Phasenanteile

Im folgenden Kapitel werden, unter Bezugnahme auf die vorangegangenen Mikrostrukturuntersuchungen, die Veränderungen der Phasenanteile ausgehend vom ersten Herstellungsschritt bis zur abschließenden Zielwärmebehandlung betrachtet. Dieses Kapitel stellt somit ein Bindeglied zwischen den mikrostrukturellen Untersuchungen und den thermodynamischen Berechnungen der Phasenanteile dar. Ein Vorteil von quantitativen Auswertemethoden ist dadurch gegeben, dass die berechneten Werte direkt mit gemessenen Eigenschaften korreliert werden können. Auf diese Möglichkeit wird jedoch im Rahmen dieser Diplomarbeit nicht weiter eingegangen.

Die Phasenanteile wurden mittels Rietveld-Methode (siehe Kapitel 3.5) und aus Flächenanalysen von Mikrostrukturaufnahmen bestimmt. Bei den Flächenanalysen wurde jedoch nur der Volumenanteil der  $\beta$ -Phase bestimmt, da eine Auswertung der  $\alpha_2$ - und  $\gamma$ -Anteile, aufgrund der feinen Lamellenstruktur, sehr schwer bzw. gar nicht möglich ist.

### 4.7.1. Phasenanteile in Abhängigkeit der Fertigungsschritte

Rietveld-Analysen, die an Proben aus dem Ingotmaterial durchgeführt wurden ergaben einen Phasenanteil von 39.7 gew.% der  $\alpha_2$ -Phase, 41.5 gew.% der  $\gamma$ -Phase und einen  $\beta$ -Phasenanteil von 18.9 gew.%. Am stranggepressten Material wurden im Vergleich zu den Ingotanalysen wesentlich höhere Anteile an  $\alpha_2$ - und  $\beta$ -Phase gemessen. Das Strangpressen wird jedoch bei Temperaturen von 1200°C durchgeführt und anschließend erfolgt noch eine Spannungsarmglühung bei 950°C für 4 Stunden. Daher erscheinen die Ergebnisse der Rietveld-Analysen eher unwahrscheinlich. Vermutlich wird durch die bei der Umformung entstehende Fasertextur und die resultierende Ausrichtung der Kristalle nach den jeweiligen Vorzugsorientierungen das Ergebnis verfälscht. Wie in Abbildung 4-18 (a) dargestellt ist, wird jedoch der Trend der ermittelten Phasenanteile aus der Rietveld-Methode bei einem Vergleich mit den Ergebnissen der quantitativen Gefügeanalyse bestätigt. Die Messungen am geschmiedeten Material ergaben ähnliche Phasenanteile wie im Ingot. Eine Erklärung dafür ist, dass durch den Schmiedevorgang die Textur des stranggepressten Materials aufgebrochen wird. Eine Zusammenfassung der Ergebnisse ist in Abbildung 4-18 (b) dargestellt.

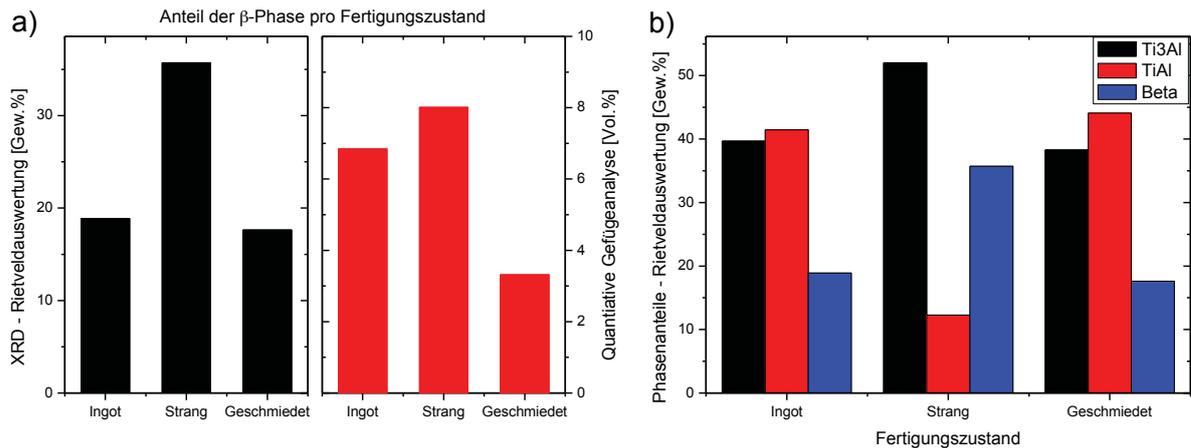


Abbildung 4-18: (a) Graphische Darstellung  $\beta$ -Phasenanteil in Abhängigkeit vom Fertigungsschritt, ermittelt aus Rietveldauswertungen – schwarze Balken – und quantitativen Gefügegenalysen – rote Balken. (b) Mittlere Phasenanteile der  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al,  $\gamma$ -TiAl und der  $\beta$ -Ti Phase in Abhängigkeit vom Fertigungszustand. Ermittelt aus Rietveldanalysen mehrerer Proben.

#### 4.7.2. Phasenanteile als Funktion Wärmebehandlungstemperatur

Bei einer Wärmebehandlungstemperatur von 1210°C beträgt der Volumenanteil der  $\beta$ -Phase in einer Probe mit einem Aluminiumanteil von 43.4 at.% nahezu 15 % (Abbildung 4-20 (a)). Der Anteil wird umso geringer, je weiter man sich der  $\alpha$ -Transustemperatur nähert. Wird  $T_c$  überschritten, erhöht sich der Anteil an  $\beta$ -Phase wieder. Diese Ergebnisse stimmen auch sehr gut mit den thermodynamischen Berechnungen überein (siehe Kapitel 4.1 und Veröffentlichung 1 im Anhang). Ein inverser Effekt kann beobachtet werden, wenn die mittlere Korngröße der lamellaren Körner betrachtet wird. Die lamellaren Körner haben im Bereich des Minimums der  $\beta$ -Phase ihr größtes Wachstumspotential, da hier das Wachstum der  $\alpha$ -Körner fast nicht behindert wird (Abbildung 4-20 (b)).

Liegt der Aluminiumgehalt der Legierung bei 43.9 at.%, wie es bei Proben der Charge 56531 der Fall ist, verschiebt sich das Minimum der  $\beta$ -Phase zu geringeren Werten und auch zu höheren Temperaturen. Dieser Zusammenhang zwischen dem Aluminiumgehalt einer TNM Legierung und dem daraus resultierendem Minimum der  $\beta$ -Phase stimmt mit thermodynamischen Phasenberechnungen überein (siehe Abbildung 4-19).

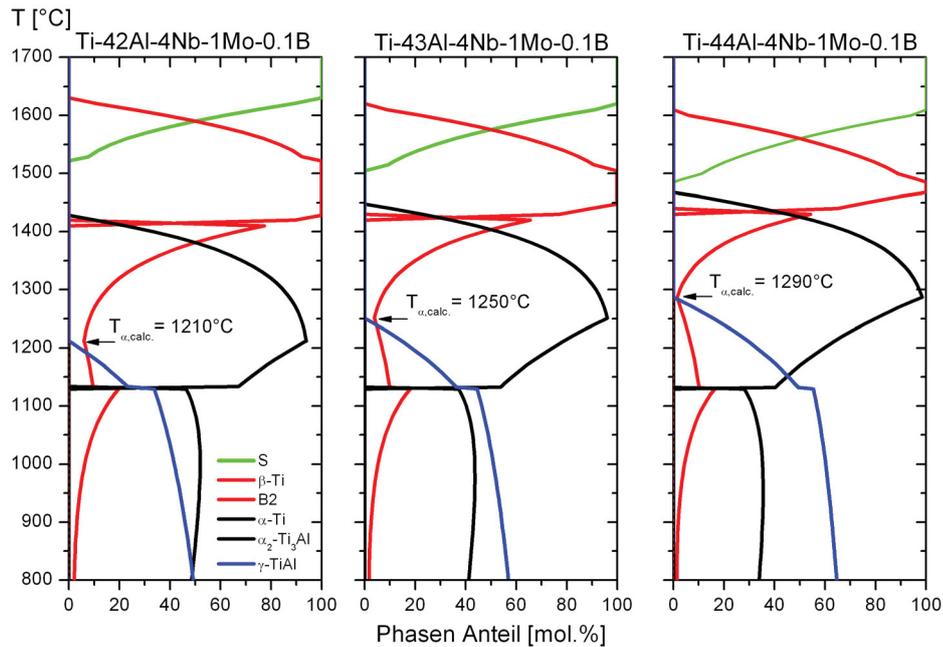


Abbildung 4-19: Darstellung der Phasenanteilsverläufe als Funktion der Temperatur für Ti-(42,43,44)Al-4Nb-1Mo-0.1B at.%. Deutlich zu erkennen ist die Abhängigkeit der  $\alpha$ -Transustemperatur und damit verbunden das Minimum der  $\beta$ -Phase vom Aluminiumgehalt der Legierung.

Um die optimalen Bedingungen für eine Umformung mit einem konventionellen Schmiedeprozess einzustellen, ist daher die Kenntnis der chemischen Zusammensetzung einer vorliegenden Probe enorm wichtig. Die Resultate der durchgeführten quantitativen Gefügeauswertungen sind in Abbildung 4-20 dargestellt. Zusätzlich wurde an 3 Proben der Charge 56531 nach einer fünf-stündigen Wärmebehandlung der  $\beta$ -Phasenanteil untersucht. Aus dem Verlauf dieser Kurve ist die Zeitabhängigkeit für die Bildung, als auch den Zerfall der molybdänreichen  $\beta$ -Phase ersichtlich.

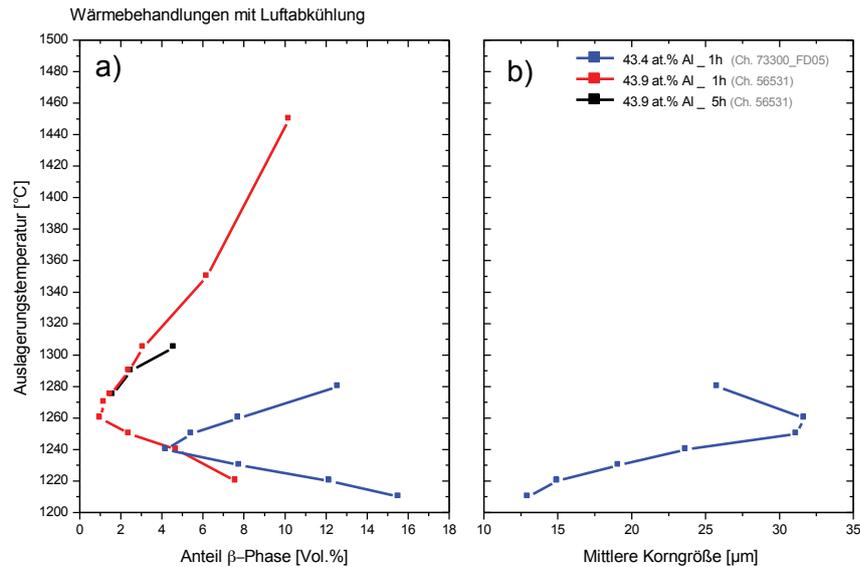


Abbildung 4-20: (a) Darstellung der aus quantitativen Gefügeanalysen ermittelten Anteile der  $\beta$ -Phase in Abhängigkeit der Auslagerungstemperatur und der Auslagerungszeit; rote Kurve - Charge 56531 nach einer Auslagerungszeit von 1 Stunde; schwarze Kurve – Charge 56531 nach einer Auslagerungszeit von 5 Stunden; blaue Kurve – Charge 73300, 43.4 at.% Aluminium, nach einer Auslagerungszeit von 1 Stunde; (b) Mittlere Korngröße der  $\alpha_2/\gamma$ -Lamellenkolonien der wärmebehandelten Proben der Charge 73300.

Um die erhaltenen Ergebnisse zu untermauern, sind XRD-Messungen an wärmebehandelten Proben der Charge 56531 durchgeführt und einer Rietveld-Analyse unterzogen worden. Zur Erinnerung sei angemerkt, dass die Proben bei den entsprechenden Temperaturen eine Stunde gegläht und an Luft abgekühlt wurden. Die Ergebnisse werden in Abbildung 4-21 im Vergleich zu den Ergebnissen aus den quantitativen Gefügeanalysen gezeigt. Dabei ist erkennbar, dass beide Untersuchungsmethoden sehr gut übereinstimmen.

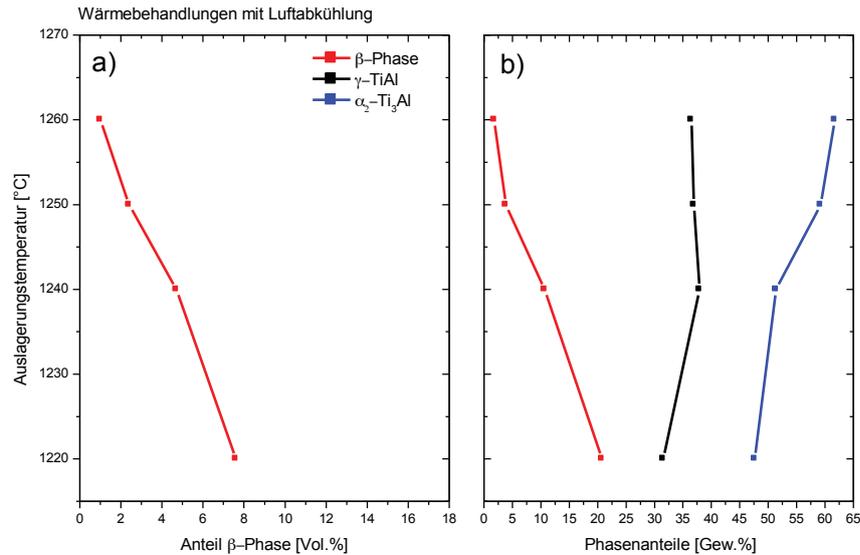


Abbildung 4-21:  $\beta$ -Phasenanteil [vol.-%] in Abhängigkeit von der Wärmebehandlungstemperatur ermittelt aus quantitativen Gefügeanalyse (a) im Vergleich zu den ermittelten Phasenanteilen aus Rietveldanalysen [gew.-%] (b).

#### 4.8. Texturmessungen mittels Neutronen

Die Texturmessung die an einer Probe aus dem Zentrum eines Gussingots durchgeführt wurde zeigt keine signifikante Texturausbildung (siehe Abbildung 4-22 (a) – (b)). Die maximal gemessene Poldichte beträgt nur das 1,8fache einer Zufallsverteilung an Orientierungen. Sehr ähnliche Beobachtungen wurden auch von V. Küstner an binären  $\gamma$ -TiAl Legierungen gemacht [26]. Dabei wurde im Vergleich zu einer binären Legierung, die vollständig über die  $\beta$ -Phase erstarrt, auch eine Texturmessung an einer peritektisch erstarrenden Ti-48Al Legierung durchgeführt. Die Polfiguren dieser Legierung, wie sie in Abbildung 4-22 (c) und (d) dargestellt sind, zeigen eine ausgeprägte Textur der  $\gamma$ -Phase. Die Texturuntersuchungen belegen, dass aufgrund der unterschiedlichen Erstarrungswege eine  $\beta$ -erstarrende Legierung wesentliche Vorteile im Bezug auf mechanische Eigenschaften und chemische Homogenität bietet. Weitere Informationen bezüglich der durchgeführten Texturmessungen befinden sich in Veröffentlichung 2 im Anhang.

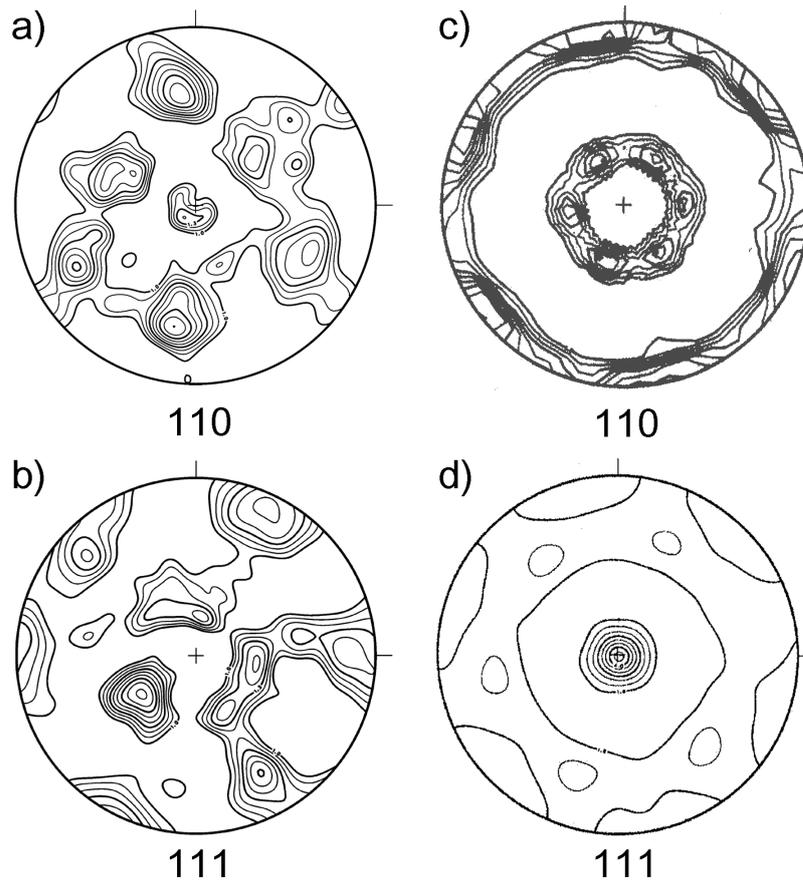


Abbildung 4-22: a) – b) Gemessene Polfigur der  $\gamma$ -Phase aus dem Gusszustand der Ti-48Al-Legierung (Charge 56531). Gemessene c) und berechnete d) Polfigur der  $\gamma$ -Phase einer peritektisch erstarrten Knopfschmelze (Ti-48Al) [26]. Die Projektionsfläche liegt dabei jeweils parallel zum Ingotboden bzw. Knopfboden und senkrecht zur Symmetrieachse des Ingots bzw. der Knopfschmelze.

#### 4.9. Mechanische Eigenschaften

Neben der guten Umformbarkeit bei hohen Temperaturen war eines der Ziele für das entwickelte Legierungskonzept durch eine gezielte Wärmebehandlung eine Mikrostruktur einzustellen, die den mechanischen Anforderungen nach guten Kriech-eigenschaften und ausreichender plastischer Bruchdehnung bei Raumtemperatur, gerecht wird (siehe Kapitel 4.4). Aus der Literatur ist bekannt, dass Duplex-Gefüge die höchsten Duktilitäten aufweisen, wohingegen volllamellare Gefüge durch deren Kriechbeständigkeit und Bruchzähigkeit bestehen. Vor allem der mittlere Lamellenabstand und die mittlere Korngröße beeinflussen dabei die Festigkeit, entsprechend einem Hall-Petch Mechanismus [66, 67]. Weiters kann bei zwei- oder mehrphasigen Gefügen ein festigkeitssteigernder Effekt entsprechend eines Verbundwerkstoffes beschrieben werden.

Um einen Kompromiss aus Duktilität und Kriechbeständigkeit zu erhalten, wurden die Wärmebehandlung derart gewählt, dass eine duplex-artige Mikrostruktur mit

lamellaren  $\alpha_2/\gamma$ -Anteilen sowie globularen  $\gamma$ - und  $\beta$ -Körnern vorliegt. Folgende Wärmebehandlungen wurden an Proben für die mechanische Charakterisierung durchgeführt (zugehörige Mikrostrukturaufnahmen sind in Abbildung 4-12 (b) - (d) zu sehen).

- (A) 1230°C/ 1 Stunde/ Luftabkühlung + 850°C/ 6 Stunden/ Ofenabkühlung
- (B) 1230°C/ 1 Stunde/ Luftabkühlung + 950°C/ 6 Stunden/ Ofenabkühlung
- (C) 1300°C/ 1 Stunde/ Luftabkühlung + 1220°C/ 1 Stunde/ Luftabkühlung + 850°C/ 6 Stunden/ Ofenabkühlung

Die Ergebnisse der ersten mechanischen Untersuchungen, die zu einem bereits sehr fortgeschrittenen Zeitpunkt der Diplomarbeit durchgeführt wurden, sollen hier in diesem letzten Kapitel als abschließendes Ergebnis präsentiert werden. Daher wird kein Anspruch auf Vollständigkeit erhoben. Für ein besseres Verständnis der Mechanismen sind weiterführende REM- und TEM-Untersuchungen notwendig. An dieser Stelle soll lediglich gezeigt werden, dass mittels gezielter Wärmebehandlungen ausgezeichnete und ausgewogene mechanische Eigenschaften erzielt werden können.

#### 4.9.1. Zugversuchsdaten

Zugversuche wurden bei Raumtemperatur, 300°C, 650°C und 800°C durchgeführt. Die ermittelten Zugfestigkeiten (Abbildung 4-23 (a)) befinden sich bis zu einer Temperatur von ca. 650°C auf einem konstanten Niveau, einzig nach der durchgeführten Wärmebehandlung (B) kann dieses Plateau nicht beobachtet werden. Über einer Temperatur von 650°C kommt es bei allen Mikrostrukturvarianten zu dem für  $\gamma$ -TiAl Legierungen typischen spröde-duktil Übergang (Temperaturbereich von 700°C – 800°C) [68, 69], bei dem die Zugfestigkeit stark abfällt und die Duktilität sprunghaft zunimmt. Das unterschiedliche Zugfestigkeitsverhalten der drei Wärmebehandlungsvarianten wird dabei auf die zuvor in Kapitel 4.9 erwähnten mikrostrukturellen Parameter zurückgeführt. Beispielsweise kann man aus dem Vergleich der Mikrostruktur nach Wärmebehandlung (A) mit (C) schon aus den REM-Aufnahmen erkennen, dass der Lamellenabstand in (A) wesentlich feiner ist. Dies bewirkt eine stärkere Behinderung der Versetzungsbewegung und resultiert daher in einer höheren Festigkeit. Nach (B) dürfte sich aufgrund der höheren Temperatur bei der Ausgleichswärmebehandlung der Lamellenabstand im Vergleich zu (A) auch verbreitert haben, zusätzlich besteht die Mikrostruktur noch aus den in Kapitel 4.5 beschriebenen, feinkörnigen zellulären Bereichen, die aus einer diskontinuierlichen Reaktion herrühren. Aufgrund dieser Effekte kann erklärt werden, warum die Festigkeit von (B) zwischen (A) und (C) liegt. Der größere Volumenanteil

an zellulären Bereichen in (B) könnte weiters sehr gut erklären, weshalb zwar die Festigkeit bei Raumtemperatur auf einem ähnlichen Niveau liegt wie jene von (A), jedoch die nach Wärmebehandlung (B) über den gesamten Temperaturbereich eine bessere Duktilität erzielt wird. Der Grund dafür könnte in den Gefügebestandteilen der zellulären Bereiche, welche großteils aus der  $\beta$ - und  $\gamma$ -Phase besteht, liegen. Wonach zwar aufgrund der zellulären Struktur eine Behinderung der Versetzungsbewegung gegeben ist, jedoch durch die erhöhte Versetzungsbeweglichkeit innerhalb der  $\beta$ - und  $\gamma$ -Phase im Vergleich zur  $\alpha_2$ -Phase (die in den gewöhnlichen lamellaren Bereichen vorliegt) die Versetzungsbeweglichkeit wiederum erhöht wird. Die unterschiedliche Versetzungsbeweglichkeit kann in weiterer Folge zu einem unterschiedlichen Verfestigungsverhalten führen, was wiederum den Wert der maximalen Zugfestigkeit bestimmt. Dies würde erklären, weshalb nach Wärmebehandlung (B) die Zugfestigkeit nicht wie nach (A) und (C) bis zu einer Temperatur von 650°C auf einem konstanten Niveau liegt.

Betrachtet man zusätzlich die Streckgrenzen, so sieht man, dass deren Werte mit steigender Temperatur für alle Wärmebehandlungsvarianten, im Gegensatz zur Zugfestigkeit aufgrund der fehlenden Verfestigung, abnehmen (Abbildung 4-23 (b)).

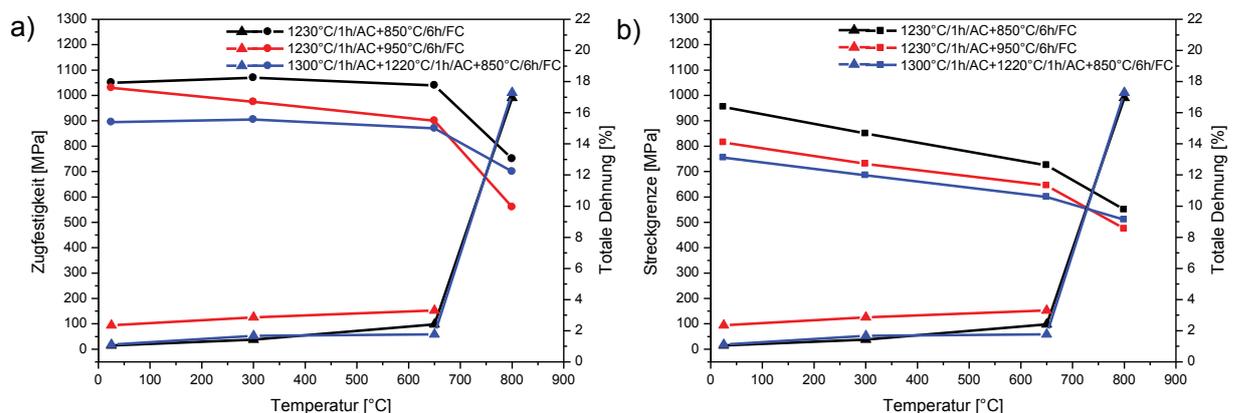


Abbildung 4-23: (a) Zugfestigkeit [MPa] und totale Dehnung [%] bzw. (b) Streckgrenze [MPa] und totale Dehnung [%] in Abhängigkeit von der Prüftemperatur der Wärmebehandlungsvarianten (A) 1230°C/ 1h/ Luftabkühlung + 850°C/ 6h/ Ofenabkühlung; (B) 1230°C/ 1h/ Luftabkühlung + 950°C/ 6h/ Ofenabkühlung; (C) 1300°C/ 1h/ Luftabkühlung + 1220°C/ 1h/ Luftabkühlung + 850°C/ 6h/ Ofenabkühlung.

#### 4.9.2. Kriechdaten

Aus den ermittelten Kriechdaten können dieselben Schlüsse gezogen werden, wie sie bereits aus den Daten für die Zugversuche bekannt sind. So zeigte sich wiederum aufgrund der mikrostrukturellen Effekte, dass nach der Wärmebehandlung (A) bei

einer konstanten Belastung von 300 MPa und einer Prüftemperatur von 800°C die mit Abstand längste Beanspruchungszeit bis zum Kriechbruch (bei der niedrigsten Kriechdehnung) erreicht wird (siehe Tabelle 4-1).

Tabelle 4-1: Kriechdaten und dazugehörige Standzeit bei einer Belastung von 300 MPa und einer Prüftemperatur von 800°C

Wärmebehandlung	Kriechdehnung [%]	Zeit bis zum Kriechbruch [h]
(A) 1230°C/1h/AC + 850°C/6h/FC	9.00	76.5
(B) 1230°C/1h/AC + 950°C/6h/FC	20.69	17.8
(C) 1300°C + 1220°C/1h/AC + 850°C/6h/FC	13.98	47.3

Abschließend sind in Abbildung 4-24 (a) Daten von verschiedensten Kriechversuchen die bisher an der TNM-Legierung durchgeführt wurden in einem Larson-Miller Diagramm dargestellt. Diese Daten werden in Abbildung 4-24 (b) mit Werten aus einer Arbeit von D. M. Dimiduk [27] verglichen. Man erkennt, dass die Kriechfestigkeit der TNM-Legierung jene von anderen TiAl-Legierungen deutlich übertrifft.

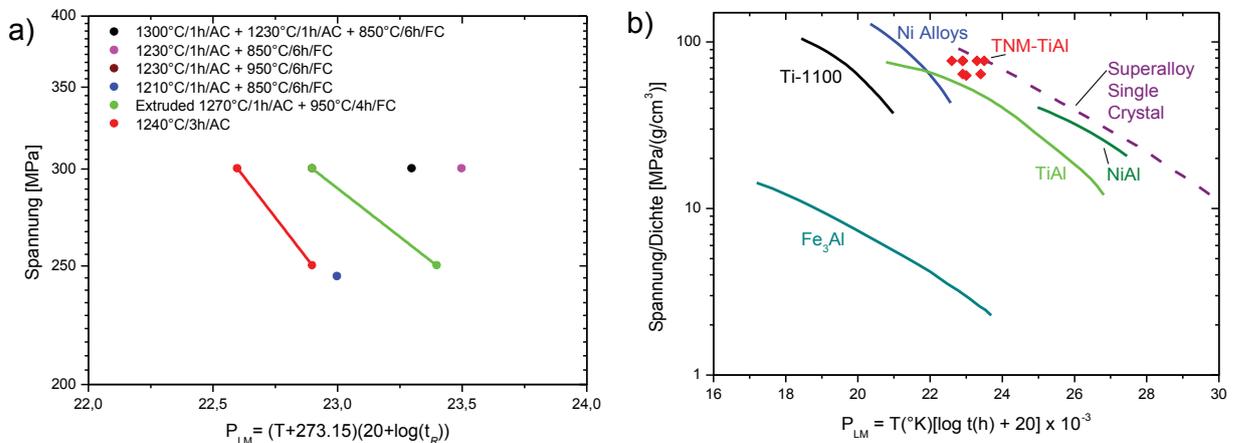


Abbildung 4-24: (a) Bisher ermittelte Kriechstandfestigkeitsdaten in Larson-Miller Darstellung bei der die Prüftemperatur und die Zeit bis zum Bruch in einem Parameter ( $P_{LM}$ ) zusammengefasst werden. Die Linien stellen dabei Wertepaare die demselben Materialzustand entsprechen dar. (b) Larson-Miller Plot unterschiedlichster Turbinenwerkstoffe aus [27] ergänzt mit den Daten aus Darstellung (a).

## 5. Zusammenfassung

Ziel dieser Arbeit war es, eine neu entwickelte Legierung aus der Klasse der intermetallischen Titanaluminide, mit der Bezeichnung TNM zu charakterisieren. Im Gegensatz zu den hoch-niobhaltigen TNB-Legierungen, die bis dato den „state-of-the-art“ darstellten und eine peritektische Erstarrung durchlaufen, wurde die Zusammensetzung dieser Legierungen so festgelegt, dass die Erstarrung über das  $\beta$ -Einphasenfeld abläuft. Dies konnte durch einen abgesenkten Aluminiumgehalt von 43 at.%, kombiniert mit einem Niobgehalt von 4 at.% und einem Molybdängehalt von 1 at.% erreicht werden. Die peritektische Erstarrung der TNB-Legierungen führt zu starken chemischen Inhomogenitäten, die das Prozessfenster für ein konventionelles Schmiedeverfahren stark einschränken bzw. unmöglich machen. Bei der TNM-Legierung versprach man sich aufgrund der Erstarrung über das  $\beta$ -Einphasenfeld ein homogenes Gefüge mit geringen Seigerungsanteilen, wodurch die Umformung mittels eines konventionellen Schmiedeverfahrens grundsätzlich verbessert sein sollte. Der besondere Vorteil dieser Legierung ist aber die Präsenz eines größeren Volumenanteils von kubisch-raumzentrierter  $\beta$ -Phase bei erhöhten Temperaturen, welche die Umformeigenschaften entscheidend verbessern soll. Diese Vorhersage wurde aufgrund der thermodynamischen Berechnungen getroffen, die bereits im Vorfeld durchgeführt wurden [48].

Die Mikrostrukturuntersuchungen bestätigten ein sehr homogenes Gefüge im gegossenen, großindustriell hergestellten Ingot. Texturmessungen an Proben aus dem Ingot der TNM-Legierung zeigten, im Gegensatz zu Messungen an peritektisch erstarrenden Legierungen, keine statistisch signifikante Textur. Es wurde die Präsenz der drei vorhergesagten Phasen  $\alpha_2$ ,  $\gamma$  und  $\beta$  anhand von XRD-Messungen bestätigt. Des Weiteren konnte im Zentrum des stranggepressten Materials ein sehr feines, rekristallisiertes Gefüge mit geringfügig höheren Anteilen an Lamellenpaketen beobachtet werden.

Erste großtechnische Schmiedeversuche bei Temperaturen über  $T_c$  verliefen erfolgreich. Mithilfe eines FEM-Modells konnte die Gefügeausbildung über den Querschnitt von flachgedrückten sowie gestauchten Proben mit den auftretenden Umformgraden korreliert werden. Teilweise traten jedoch auch bei der neuen TNM-Legierung Risse nach dem Schmieden auf.

Durch zahlreiche Umformversuche im Dilatometer wurde festgestellt, dass die höchsten Fließspannung im Bereich der  $\alpha$ -Transustemperatur auftreten. Dieser Umstand wird auf das ausgeprägt Minimum der  $\beta$ -Phase in diesem Temperaturbereich zurückgeführt. Als Resultat dieser Versuchsreihe war es möglich,

die Umformtemperatur für das großtechnische Schmiedeverfahren auf Temperaturen unter  $T_c$  abzusenken. Aufgrund der niedrigeren Umformtemperatur wird die Aluminiumabdampfung aus den Randbereichen des Presslings minimiert, wodurch eine Verschiebung der Phasenanteile innerhalb der Randzone unterbunden wird. Somit war es möglich, die ersten rissfreien gesenkgeschmiedeten Vorformen für eine Turbinenschaufel herzustellen.

Eine Vielzahl von Wärmebehandlungen ermöglichte die Mikrostrukturausbildung in Abhängigkeit der Auslagerungstemperatur zu studieren. Quantitative Gefügeanalysen, kombiniert mit quantitativer Auswertung von XRD-Spektren mittels Rietveld-Methode, ermöglichte es die daraus ermittelten Phasenanteile mit den thermodynamischen Berechnungen der Phaseanteilsverläufe in Abhängigkeit der Temperatur zu vergleichen. Die Untersuchungen zeigten, dass durch eine Änderung des Aluminiumgehalts nicht nur die  $\alpha$ -Transustemperatur verschoben wird. Es wird auch die Lage des Minimums der  $\beta$ -Phase unterschiedlich stark beeinflusst. Auch diese Ergebnisse stimmen mit thermodynamischen Vorhersagen überein.

Die Erkenntnisse aus den Wärmebehandlungsuntersuchungen ermöglichten es schlussendlich verschiedenste Mikrostrukturmodifikationen einzustellen, die den unterschiedlichsten mechanischen Anforderungen gerecht werden. So konnte in ersten Versuchen an stranggepressten Proben durch eine Wärmebehandlung nahe der  $\alpha$ -Transustemperatur ein nahezu volllamellares Gefüge mit minimalen Anteilen der  $\beta$ -Phase eingestellt werden, welches eine hohe Kriechbeständigkeit aufweist. Durch weitere Wärmebehandlungsversuche wurden duplex-artige Mikrostrukturen eingestellt, die durch eine gute Raumtemperaturduktilität in Kombination mit guten Festigkeitswerten und Kriecheigenschaften bestehen. Bei einer angenommenen Einsatztemperatur von 800°C wurden Proben bis zu 3000 Stunden ausgelagert um die thermodynamische Stabilität der Mikrostruktur zu untersuchen. Dabei konnten praktisch keine Veränderungen innerhalb des Gefüges beobachtet werden. Eine Umwandlung der  $\beta$ /B2-Phase in die  $\omega$ -Phase konnte mittels XRD-Messungen nicht nachgewiesen werden.

## 6. Literaturverzeichnis

- [1] S. Kremmer, H. F. Chladil, H. Clemens, A. Otto, and V. Güther, Near Conventional Forging of Titanium Aluminides, in: N. Niinomi, S. Akiyama, M. Hagiwari, M. Ikeda, and K. Maruyama (Eds.), *Ti-2007 science and technology*, The Japan Institute of Technology, Tokyo, Japan, 2008, p. 989.
- [2] F. Appel, M. Oehring,  $\gamma$ -Titanium Aluminide Alloys: Alloy Design and Properties, in: C. Leyens, M. Peters, (Eds.), *Titanium and Titanium Alloys*, WILEY- VCH, Weinheim, 2003, p. 89-152.
- [3] H. F. Chladil, H. Clemens, A. Otto, V. Güther, S. Kremmer, A. Bartels, and R. Gerling, Charakterisierung einer  $\beta$ -erstarrenden  $\gamma$ -TiAl Basislegierung, *BHM 9* (2006) 356-361.
- [4] G. Sauthoff, Intermetallic materials, in: P. Beiss, R. Ruthardt and H. Warlimont (Eds.), *Powder Metallurgy Data. Refractory, Hard and Intermetallic Materials*, VCH, Weinheim, 1995, p. 221-224.
- [5] Y. W. Kim, D. M. Dimiduk, Progress in the Understanding of Gamma Titanium Aluminides, *JOM* (1991) 40-47.
- [6] C. McCullough, J. J. Valencia, C. G. Levi, and R. Mehrabian, Phase equilibria and solidification in Ti-Al alloys, *Acta Metallurgica* 37 (1989) 1321-1336.
- [7] I. Ohnuma, Y. Fujita, H. Mitsui, K. Ishikawa, R. Kainuma, and K. Ishida, Phase equilibria in the Ti-Al binary system, *Acta Materialia* 48 (2000) 3113-3123.
- [8] Y.-W. Kim, Microstructural evolution and mechanical properties of a forged gamma titanium aluminide alloy, *Acta Metallurgica et Materialia* 40 (1992) 1121-1134.
- [9] M. J. Blackburn, *The Science, Technology and Applications of Titanium Alloys*, Plenum Press, New York, 1970, p. 633.
- [10] J. W. Martin, R. D. Doherty, and B. Cantor, *Stability of Microstructure in Metallic Systems*, Cambridge University Press, New York (1997).
- [11] C. R. Feng, D. J. Michel, and C. R. Crowe, Twin relationships in TiAl, *Scripta Metallurgica* 22 (1988) 1481-1486.
- [12] C. R. Feng, D. J. Michel, and C. R. Crowe, Twinning in TiAl, *Scripta Metallurgica* 23 (1989) 1135-1140.
- [13] F. Appel, R. Wagner, Microstructure and deformation of two-phase  $\gamma$ -titanium aluminides, *Materials Science and Engineering: Reports* 22 (1998) 187.
- [14] R. Schnitzer, H. F. Chladil, C. Scheu, A. Bartels, H. Clemens, S. Bystrzanowski, A. Bartels, and S. Kremmer, Herstellung lamellarer Gefügetypen in intermetallischen TiAl-Legierungen und deren Charakterisierung, *Praktische Metallographie* 44 (2007) 430-442.

- [15] Y. W. Kim, Ordered Intermetallic Alloys, Part III: Gamma Titanium Aluminides, JOM 46 (1994) 30-39.
- [16] H. Kestler, H. Clemens, Production, Processing and Application of gamma(TiAl)- Based Alloys, in: C. Leyens, M. Peters, (Eds.), Titanium and Titanium Alloys, WILEY- VCH, Weinheim, (2003) 351-392.
- [17] Gamma Titanium Aluminides 2003, in: Y. W. Kim, H. Clemens, and A. H. Rosenberger (Eds.), Gamma Titanium Aluminides 2003, TMS, Warrendale, PA, USA, 2003.
- [18] A. Menand, A. Huguet, and A. Nerac-Partaix, Interstitial solubility in  $\gamma$  and  $\alpha_2$  phases of TiAl-based alloys, Acta Materialia 44 (1996) 4729-4737.
- [19] J.-P. Chevalier, M. Lamirand, and J.-L. Bonnentien, On the Effects of Interstitial Elements on Microstructure and Property of Ternary and Quaternary TiAl Based Alloys, in: Michael J. Mills, H. Inui, H. Clemens, and Chong-Long Fu (Eds.), Mater. Res. Soc. Symp. Proc. 842, Warrendale, PA, 2005, S6.11.1
- [20] F. Appel, U. Lorenz, M. Oehring, U. Sparka, and R. Wagner, Thermally activated deformation mechanisms in micro-alloyed two-phase titanium alloys, Materials Science and Engineering A233 (1997) 1-14.
- [21] A. Chatterjee, H. Mecking, E. Arzt, and H. Clemens, Creep behavior of  $\gamma$ -TiAl sheet material with differently spaced fully lamellar microstructures, Materials Science and Engineering A329-331 (2002) 840-846.
- [22] F. Perdrix, M. F. Trichet, J. L. Bonnentien, M. Cornet, and J. Bigot, Influence of cooling rate on microstructure and mechanical properties of a Ti-48Al alloy, Intermetallics 7 (1999) 1323-1328.
- [23] G. Cao, L. Fu, J. Lin, Y. Zhang, and C. Chen, The relationships of microstructure and properties of a fully lamellar TiAl alloy, Intermetallics 8 (2000) 647-653.
- [24] F. Appel, U. Christoph, and M. Oehring, Creep deformation in two-phase titanium aluminide alloys, Material Science and Engineering A329-331 (2002) 780-787.
- [25] H. Oikawa, K. Maruyama, Creep behavior of single-phase and two-phase Ti-Al binary alloys, in: Y.-W. Kim, R. Wagner, and M. Yamaguchi (Eds.), Gamma Titanium Aluminides, TMS, Warrendale, PA (1995) p. 919-930.
- [26] V. Küstner, Untersuchungen zur Gefügebildung bei der Erstarrung von Titanaluminid-Legierungen unterschiedlicher Konstitution, Dissertation, Christian Albrechts Universität Kiel, 2003.
- [27] D. M. Dimiduk, Gamma titanium aluminide alloys-an assessment within the competition of aerospace structural materials, Materials Science and Engineering A263 (1999) 281-288.

- [28] R. Kainuma, Y. Fujita, H. Mitsui, I. Ohnuma, and K. Ishida, Phase equilibria among  $\alpha$  (hcp),  $\beta$  (bcc) and  $\gamma$  (L10) phases in Ti-Al base ternary alloys, *Intermetallics* 8 (2000) 855-867.
- [29] T. T. Cheng, On the mechanism of boron-induced grain refinement in TiAl-based alloys, in: Y. W. Kim, D. M. Dimiduk, and M. H. Loretto (Eds.), *Gamma Titanium Aluminides 1999*, TMS, Warrendale, PA, USA, 1999, p. 389.
- [30] H. Clemens, A. Lorich, N. Eberhardt, W. Glatz, W. Knabl, and H. Kestler, Technology, properties and applications of intermetallic  $\gamma$ -TiAl based alloys, *Zeitschrift für Metallkunde* 90 (1999) 569-580.
- [31] T. T. Cheng, M. R. Willis, and I. P. Jones, Effects of major alloying additions on the microstructure and mechanical properties of  $\gamma$ -TiAl, *Intermetallics* 7 (1999) 89-99.
- [32] *Gamma Titanium Aluminides 1999*, in: Y. W. Kim, D. M. Dimiduk, and M. H. Loretto (Eds.), *Gamma Titanium Aluminides 1999*, TMS, Warrendale, PA, USA, 1999.
- [33] Y-W. Kim, D. Morris, R. Yang, and C. Leyens (Eds.), *Structural Aluminides for Elevated Temperature Applications*, TMS, Warrendale, PA (2008).
- [34] R. Gerling, Plasma melting inert gas atomization for production of intermetallic titanium based alloy powders, *Metal Powder Report* 47 (1992) 53-53.
- [35] R. Gerling, H. Clemens, and F. P. Schimansky, Powder Metallurgical Processing of Intermetallics *Gamma Titanium Aluminides*, *Advanced Engineering Materials* 6 (2004) 23-38.
- [36] J. D. H. Paul, M. Oehring, F. Appel, and H. Clemens, Processing and properties of gamma titanium aluminides and their potential for aerospace applications, in: K.J. Hemker, D.M. Dimiduk, H. Clemens, R. Darolia, H. Inui, J.M. Larsen, V.K. Sikka, M. Thomas, and J.D. Whittenberge (Eds), *Structural intermetallics*, TMS, Warrendale, PA, USA, 2001, p. 171-182.
- [37] J. R. Wood, Melting and Casting of Gamma Titanium Aluminide Ingots, in: Y. W. Kim, H. Clemens, and A. H. Rosenberger (Eds.), *Gamma Titanium Aluminides*, TMS, Warrendale, PA, USA, 2003, p. 227-232.
- [38] V. Güther, A. Chatterjee, and H. Kettner, Status and Prospects of  $\gamma$ -TiAl ingot production, in: Y. W. Kim, H. Clemens, and A. H. Rosenberger (Eds.), *Gamma Titanium Aluminides 2003*, TMS, Warrendale, PA, USA, 2003, p. 241-248.
- [39] V. Güther, A. Otto, H. Kestler, and H. Clemens, Processing of  $\gamma$  TiAl based ingots and their characterization, in: Y. W. Kim, D. M. Dimiduk, and M. H. Loretto (Eds.), *Gamma Titanium Aluminides*, TMS, Warrendale, PA, USA, 1999, p. 225-230.

- [40] E. Crist, K. Yu, J. Bennett, F. Welter, B. Martin, and S. Luckowski, Manufacturing of PAM-Only Processed Titanium Alloys, in: 10<sup>th</sup> World Conference on Titanium, Hamburg, Germany, July 14, 2003.
- [41] M. Peters, J. Hemptenmacher, J. Kumpfert, and C. Leyens, Structure and Properties of Titanium and Titanium Alloys, in: C. Leyens, M. Peters, (Eds.), Titanium and Titanium Alloys, WILEY- VCH, Weinheim, 2003, p. 1-36.
- [42] T. T. Cheng, M. H. Loretto, A Preliminary Study on the decomposition of Beta Phase in Ti-44Al-4Ta-4Zr-0.2Si, in: M. V. Nathal, R. Darolia, C. T. Liu, P. L. Martin, D. B. Miracle, R. Wagner, and M. Yamaguchi (Eds.), Structural Intermetallics, TMS, Warrendale, PA, USA, 1997, p. 253-260.
- [43] M. A. Morris, Y. G. Li, Deformation Mechanisms and Slip Transfer in a Ti-44Al-2Mo Alloy, Materials Science and Engineering A197 (1995) 133 - 145.
- [44] J. Kumpfert, Titanaluminide - eine neue Legierungsklasse für Hochtemperaturanwendungen, in: M. Peters, C. Leyens, and J. Kumpfert (Eds.), Titan und Titanlegierungen, DGM Informationsgesellschaft mbH, Oberursel, 1996, p. 71 - 107.
- [45] L. Kaufmann, H. Bernstein, Computer Calculations of Phase Diagrams Academic Press, New York, 1970.
- [46] N. Saunders, A. P. Miodownik, CALPHAD (Calculation of Phase Diagrams): A Comprehensive Guide, Pergamon, Oxford, 1998.
- [47] H. L. Lukas, S. G. Fries, and B. Sundman, Computational Thermodynamics: The CALPHAD Method, Cambridge University Press, Cambridge, 2007.
- [48] H. F. Chladil, Entwicklung und Charakterisierung von hoch Niob-haltigen  $\gamma$ -Titanaluminid Legierungen, Dissertation, Montanuniversität Leoben, 2007.
- [49] R. Schnitzer, Charakterisierung einer hoch niobhaltigen intermetallischen Titanaluminid-Legierung, Diplomarbeit, Montanuniversität Leoben, 2006.
- [50] W. Klauber, Konventionelles Schmieden von Titanaluminiden, Diplomarbeit, Montanuniversität Leoben, 2006.
- [51] Bruker AXS, Introduction to Powder X-Ray Diffraction [www.smcr.fisica.unam.mx/8temasutiles/articulosutiles/Bas-XRD.pdf](http://www.smcr.fisica.unam.mx/8temasutiles/articulosutiles/Bas-XRD.pdf), 17. Mai 2007.
- [52] H. M. Rietveld, A profile refinement method for nuclear and magnetic structures, Journal of Applied Crystallography 2 (1969) 65-71.
- [53] R. A. Young, The Rietveld Method, Oxford University Press, Oxford, 1995.
- [54] V. Küstner, M. Oehring, A. Chatterjee, V. Güther, and H. G. Brokmeier, An investigation of microstructure formation during solidification of gamma titanium aluminides alloys, in: Y. W. Kim, H. Clemens, and A. H. Rosenberger (Eds.), Gamma Titanium Aluminides 2003, TMS, Warrendale, PA, USA, , pp. 89-96.

- [55] GKSS-Forschungszentrum Geesthacht GmbH, [www.gkss.de](http://www.gkss.de), 25. April 2007.
- [56] H. F. Chladil, H. Clemens, V. Güther, and S. Kremmer, Charakterisierung einer  $\beta$ -erstarrenden  $\gamma$ -TiAl Legierung, *Sonderbände der Praktischen Metallographie*, 38 (2006) 51-58.
- [57] B. Böck, Charakterisierung des Phasendiagramms einer  $\beta$ -erstarrenden TiAl Legierung im Bereich: Ti-(41-45)Al-4Nb-(0.5-1)Mo-0.1B, Diplomarbeit, Montanuniversität Leoben, 2008.
- [58] T. T. Cheng, M. H. Loretto, The decomposition of the beta phase in Ti-44Al-8Nb and Ti-44Al-4Nb-4Zr-0.2Si alloys, *Acta Materialia* 46 (1998) 4801-4819.
- [59] U. Prasad, Q. Xu, M. C. Chaturvedi, and A. K. Jena, Surface damage of a TiAl-based alloy during high temperature annealing, *Intermetallics* 8 (2000) 125-131.
- [60] A. Chatterjee, Mechanische Eigenschaften einer  $\gamma$ -TiAl-Basislegierung mit volllamellarem Gefüge, Dissertation, Universität Stuttgart, 2001.
- [61] S. Bystrzanowski, Creep Behavior and Microstructure Stability of the Ti-46Al9Nb Sheet Material, Dissertation, TU-Hamburg-Harburg, 2006.
- [62] P. Zieba, W. Gust, Local Characterization of the Diffusion Process during Discontinuous Precipitation: A Review, *Zeitschrift für Metallkunde* 92 (2001) 645-654.
- [63] L. Drössler, Mikrostrukturelle Veränderungen einer TNM-Legierung, Diplomarbeit, Montanuniversität Leoben, 2008.
- [64] I. Philippart, H. J. Rack, High temperature dynamic yielding in metastable Ti-6.8Mo-4.5F-1.5Al, *Materials Science and Engineering A243* (1998) 196-200.
- [65] P. Wanjara, M. Jahazi, H. Monajati, S. Yue, and J.-P. Immarigeon, Hot working behavior of near- $\alpha$  alloy IMI834, *Materials Science and Engineering A396* (2005) 50-60.
- [66] S. C. Huang, D. S. Shih, Nanostructures in Gamma Titanium Aluminides in: Y.-W. Kim, and R. R. Boyer (Eds.), *Microstructure/Property Relationships in Titanium Aluminides and Alloys*, TMS, Warrendale, PA, 1990, p. 105-122.
- [67] Y.-W. Kim, Strength and ductility in TiAl alloys, *Intermetallics* 6 (1998) 623-628.
- [68] Y. Wang, D. Lin, and C. C. Law, Brittle-to-Ductile Transition Temperature and its Strain Rate Sensitivity in a Two-Phase Titanium Aluminide with near Lamellar microstructure, *Journal of Material Science* 34 (1999) 3155 - 3159.
- [69] D. Lin, Y. Wang, J. Liu, and C. C. Law, The Effects of Temperature Strain Rate and Minor Boron on Tensile Properties of Wrought Ti-47Al-2Mn-2Nb Alloy, *Intermetallics* 8 (2000) 549 - 558.

## 7. Anhang

### Veröffentlichung 1

H. Clemens, H. F. Chladil, W. Wallgram, B. Böck, S. Kremmer, A. Otto, V. Güther, and A. Bartels

“A  $\beta$ -stabilized  $\gamma$ -TiAl Based Alloy for Improved Processing Performance”  
Structural Aluminides for Elevated Temperatur Applications, Eds. Y.W.Kim, D.Morris, R.Yang, and C.Leyens, The Minerals, Metals & Materials Society (TMS), Warrendale, PA, USA, ISBN 978-0-87339-720-9 (2008) pp. 217-228

### Veröffentlichung 2

H. Clemens, H. F. Chladil, W. Wallgram, G. A. Zickler, R. Gerling, K.-D. Liss, S. Kremmer, V. Güther, and W. Smarsly

“In- and Ex-situ Investigations of the  $\beta$ -phase in a Nb and Mo Containing  $\gamma$ -TiAl Based Alloy”

Intermetallics 16 (2008) 827-833

### Veröffentlichung 3

H. Clemens, W. Wallgram, S. Kremmer, V. Güther, A. Otto, and A. Bartels

“Design of Novel  $\beta$ -solidifying TiAl Alloys with Adjustable  $\beta$ /B2-phase Fraction and Excellent Hot-Workability“

Advanced Engineering Materials 10 (2008) 707-713

### Veröffentlichung 4

W. Wallgram, S. Kremmer, H. Clemens, A. Otto, and V. Güther,

“Hot-die forging of a  $\beta$ -stabilized  $\gamma$ -TiAl Based Alloy”

Eds. M. Palm, B. P. Bewlay, M. Takeyama, J. M. K. Wiezorek, and Y-H. He, Advanced Intermetallic-Based Alloys for Extreme Environment and Energy Applications, Materials Research Society Symposium, Volume 1128, Warrendale, PA, USA, 2009, 1128-U03-05.

## 7.1. Veröffentlichung 1

### Structural Aluminides for Elevated Temperatures

Young-Won Kim, David Morris, Rui Yang and Christoph Leyens  
*TMS (The Minerals, Metals & Materials Society), 2008*

### A $\beta$ -STABILIZED $\gamma$ -TiAl BASED ALLOY FOR IMPROVED PROCESSING PERFORMANCE

Helmut Clemens<sup>1</sup>, Harald F. Chladil<sup>1</sup>, Wilfried Wallgram<sup>1</sup>, Barbara Böck<sup>1</sup>, Sascha Kremmer<sup>2</sup>,  
Andreas Otto<sup>3</sup>, Volker Güther<sup>3</sup>, Arno Bartels<sup>4</sup>

<sup>1</sup> Department of Physical Metallurgy and Materials Testing, Montanuniversität Leoben,  
Franz-Josef-Str. 18, A-8700 Leoben, Austria

<sup>2</sup> Bohler Schmiedetechnik GmbH & CoKG, Mariazeller Str. 25, A-8605 Kapfenberg, Austria

<sup>3</sup> GfE Metalle und Materialien GmbH, Höfener Str. 45, D-90431 Nürnberg, Germany

<sup>4</sup> Institute of Materials Science and Technology, Hamburg University of Technology,  
Eissendorfer Str. 42, D-21073 Hamburg, Germany

Keywords:  $\gamma$ -TiAl Based Alloys, Alloy Design, Processing

#### Abstract

The development of high-temperature materials is the key to technological advancements in aero-engines, where materials have to withstand extremely demanding conditions.  $\gamma$ -TiAl based alloys offer many attractive properties, such as low density, good oxidation and burn resistance as well as good creep properties and high strength at elevated temperatures. Conventional high Nb bearing  $\gamma$ -TiAl based alloys exhibit a relatively strong tendency to segregations because of their peritectic solidification path. This leads to local microstructural inhomogeneities causing severe problems regarding hot-working behaviour and a scatter in mechanical properties. Thermodynamic calculations based on the CALPHAD method were applied to define a  $\beta$ -solidifying TiAl based alloy which exhibits an adjustable  $\beta$ -phase volume fraction at temperatures where hot-work processes such as forging, rolling, etc. are conducted. The investigated  $\beta$ -solidifying Ti-43Al-4Nb-1Mo-0.1B alloy (at.%) shows a homogeneous and fine-grained microstructure in the as-cast state. Due to a high volume fraction of  $\beta$ -phase at elevated temperatures the hot-extruded alloy can be forged under near conventional conditions. With subsequent heat-treatments a significant reduction of the  $\beta$ -phase is achieved, as predicted by thermodynamic calculations.

#### Introduction and pre-studies

The research and development of intermetallic titanium aluminides for aero engine components has been the target of several R & D projects since more than 20 years. Titanium aluminides are considered for future advanced aero engine due to their potential of significant component weight savings. Although, remarkable progress has been made, today, titanium aluminides have not been applied for aero engine parts. Both fundamental materials research and design as well as production technologies have achieved an advanced state of maturity. But overall, the limited tensile ductility, poor crack propagation resistance and detrimental effects of defects, damage and long term cycling loads as well as exposure to hot oxidizing atmospheres on the fatigue life are the mayor concerns in the area of aero engine components reliability and lifetime issues. There are further needs of understanding the source and effect of the different relevant damages and defects on the life - prediction for a particular titanium aluminide alloy and aero engine component. The attempts of scaling up the production of ingot materials, castings and forgings, have not yet met the required targets of reproducibility and affordability. Large-scale production

of titanium aluminides ingots and parts requires further alloy and process development to become a reliable technology. Current titanium and nickel alloys exhibit balanced properties and achieve all requirements of the current design practices.

Intermetallic  $\gamma$ -TiAl based alloys are certainly among the most promising candidates to fulfill the required thermal and mechanical specifications [1]. Especially, TiAl alloys with high Nb-contents showing a baseline composition of Ti-(42-45)Al-(5-10)Nb (at.%) have attracted much attention because of their high creep strength, good ductility at room temperature, good fatigue properties, and excellent oxidation resistance [1-5]. Nb reduces the stacking fault energy in  $\gamma$ -TiAl, retards diffusion processes and modifies the structure of the oxidation layer [2,4,6]. Cast alloys based on Ti-45Al, which solidify via the  $\beta$ -phase, exhibit an isotropic, equiaxed and texture-free microstructure with modest micro-segregation, whereas peritectic alloys (solidification via the  $\alpha$ -phase) show anisotropic microstructures as well as significant texture and segregation [7,8]. Alloy design concepts for  $\gamma$ -TiAl based alloys showing refined cast microstructures were recently reported by Imayev et al. [9]. An alloy design strategy to improve the hot-workability of TiAl alloys is to exploit a combination of thermo-mechanical processing and additional alloying elements to induce the disordered  $\beta$ -phase at elevated temperatures as ductile phase [10-13]. The disordered  $\beta$ -phase with bcc lattice provides a sufficient number of independent slip systems. Thus, it may improve the deformability at elevated temperature, where, for example, processes such as rolling and forging are carried out. Several authors [10,13-18] have demonstrated that, by stabilizing the  $\beta$ -phase through alloying with Nb, Ta, Mo or other elements, an improvement in hot-workability can be achieved and novel types of microstructures can be adjusted by exploiting a multitude of solid-state transformations. However, it is known that the  $\beta$ -phase or its ordered counterpart B2 can decompose into several product phases, for example into  $\omega$ ,  $\omega'$  and  $\omega''$ , which possess lower crystal symmetry and are extremely brittle [13,19-21]. In order to avoid the appearance of such harmful phases in TiAl alloys the decomposition process and its dependence on Al content and ternary alloying elements, such as Nb, must be known. However, the controlled decomposition of the  $\beta$ -phase can be used to form novel types of laminate microstructures on the nano-scale as recently reported by F. Appel and coworkers [13].

Up to now there is no well established processing route which guarantees an economic and continuous supply of aerospace and stationary turbine components made of  $\gamma$ -TiAl based alloys [18,22-24]. This is due to the fact that almost all TiAl alloys show a complex deformation behavior and, consequently, a small "processing/deformation window", particularly the high Nb bearing alloys which are considered as candidates for components in the applications areas named above. In this study a  $\beta$ -stabilized  $\gamma$ -TiAl based alloy with improved processing performance was designed. In order to establish a sound basis for the alloy design strategy a number of pre-studies were conducted. The most important investigations are listed in the following: (i) Study of the influence of Nb, Mo and C additions on microstructure and phase transition temperatures of Ti-(43-46)Al alloys [15-17,25]; (ii) preparation of a phase diagram for Ti-45Al-xNb alloys possessing Nb contents up to 15 at% [15]; (iii) impact of cooling rate on the lamellae spacing in lamellar ( $\gamma + \alpha_2$ )-colonies; (iv) determination of the conditions for massive  $\alpha \rightarrow \gamma_M$  transformation in high Nb bearing alloys. The studies ranged from high-energy XRD investigations to ab-initio calculations [26-29]; (v) influence of Nb content on the formation of undesired phases, e.g.  $\omega$ -phase [15,30]; (vi) production of large TiAl ingots with high concentrations of Nb and Mo by vacuum arc remelting [31]; (vii) refining of the as-cast microstructure by subsequent heat-treatments [17,32], and (viii) adaptation of a conventional hydraulic press for "near conventional" forging of  $\gamma$ -TiAl based alloys on an industrial scale [18].

### Alloy design

In order to increase the economic feasibility of wrought processing for  $\gamma$ -TiAl components alloys are needed which can be processed “near conventionally”, e.g. a conventional forging equipment with minor and inexpensive modifications can be used. Thus, a fine-grained casting microstructure is favourable to both ingot breakdown and secondary forming operations. The alloys should be designed to allow robust industrial heat-treatments, i.e. the alloy must tolerate a specified (and realistic) variation of the constituting elements, without pronounced changes of phase transition temperatures and phase volume fractions and related variations in mechanical properties. In this context, the Al-content is of particular importance. The desired microstructures should be achieved by simple heat-treatments which can be conducted at an industrial scale and which are almost independent from the geometrical dimension of the final part. Furthermore, the microstructure must show a resistance against microstructural changes during long-term exposure to service temperatures in the range of 600 to 750°C. In addition, the machinability of the material by a wide variety of techniques (turning, mechanical and chemical milling, etc.) must be guaranteed. Finally, the alloy should show balanced mechanical properties (strength and ductility, fracture toughness, creep resistance) and acceptable oxidation resistance.

From the mentioned requirements - which represent a selection only - the following demands on the alloy are deduced: (i) after casting and solidification the alloy should possess a refined equiaxed microstructure showing no significant casting texture. (ii) The composition of the alloy must be defined to ensure a solidification path according to  $L \rightarrow L + \beta \rightarrow \beta \rightarrow \dots$ , instead of a peritectic solidification pathway,  $L \rightarrow L + \beta \rightarrow \alpha \rightarrow \dots$ , which is prone to segregation. (iii) During ingot breakdown as well as secondary hot-forming operations a significant volume fraction of disordered  $\beta$ -phase should be present which improves the deformability at elevated temperature and suppresses grain growth. At service temperature, however, the volume fraction of the  $\beta$ -phase, which then shows an ordered B2 structure, should be insignificant in order not to deteriorate creep properties [33]. (iv) In order to avoid uncontrollable grain coarsening effects during adjustment of the microstructure the existence of a single phase region at elevated temperatures should be avoided, i.e. transitions such as  $\alpha + \gamma \rightarrow \alpha$  must be suppressed. Another possibility is to keep the  $\alpha$ -phase region very small. In this case the single  $\alpha$ -field can be passed without significant grain coarsening as long as the dissolution kinetics of the  $\beta$ -phase is decelerated by the presence of alloying elements which show a low diffusibility, e.g. Nb and Mo. In addition, the slope of the  $\alpha$ -transus line should be small. A small dependence of  $T_\alpha$  on the Al concentration renders deviations in the Al content as well as variations in heat-treatment temperatures uncritically. For example, a high Nb bearing TiAl alloy with the baseline composition of Ti-45Al-5Nb shows a steep slope of the  $\alpha$ -transus line. For this alloy a variation in Al content in the range of  $\pm 0.5$  at% can be converted into a shift of  $T_\alpha$  of about 30°C (from the highest to the lowest Al content). The negative effect of such a shift in  $T_\alpha$  on the forging behavior of Ti-45Al-5Nb is reported in [18]. Obviously, such alloys require stringent control of composition and processing parameters. (v): The alloys should provide a well balanced phase ratio of  $\gamma$ -TiAl and  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al (and  $\beta$ /B2) which can be converted in designed microstructures (duplex, nearly or fully lamellar) by means of simple heat-treatments. (vi): The appearance of harmful and brittle phases, which might be decomposition products of the ordered B2-phase, is not allowed and must be suppressed even for long duration at service temperature.

### Alloy selection and alloy processing

In order to select an alloy which fulfils the demands as defined in the previous section, thermodynamic calculations based on the CALPHAD method were conducted for the prediction of the constituent phases and the related transition temperatures. Two different software packages - ThermoCalc® and MatCalc - were applied using the same commercial TiAl database [34]. In recent publications, however, the thermodynamic database used was found to poorly describe the transition temperatures and phase proportions in high Nb bearing  $\gamma$ -TiAl based alloys as reported in [15,25]. Therefore, it should be pointed out that the following calculations were conducted to study alloying trends rather than to give absolute values on phase fractions and transition temperatures. Exemplarily, Figure 1 shows the calculated phase fractions as a function of temperature for three different  $\beta$ -stabilized  $\gamma$ -TiAl based alloys. The three alloys have a constant Al concentration (43 at%), but differ in their content of  $\beta$ -stabilizing alloying elements (Nb,Mo). Nb decreases the stacking fault energy in  $\gamma$ -TiAl, slows down diffusion processes in both  $\gamma$  and  $\alpha_2$  and improves the oxidation behavior [2,4,6]. Like Nb, Mo raises the activation energy of diffusion in  $\gamma$  and  $\alpha_2$ , but exhibits a much higher partition coefficient  $k_{\beta,\alpha}$  than Nb [35]. It must be taken into account that phases when stabilized by such slow-diffusing elements are expected to exhibit a sluggish dissolution behavior. A boron content of 0.1 at% was selected to ensure a grain refining effect during solidification [36,37]. Boron, which tends to form very stable borides, is also beneficial in case of heat-treatments conducted at high temperatures. Here, the borides retard grain coarsening by pinning of the grain boundaries. In addition, the borides favor the formation of the lamellar microstructure ( $\alpha \rightarrow \alpha + \gamma$ ) over the massive transformation ( $\alpha \rightarrow \gamma_M$ ) by heterogeneous nucleation of  $\gamma$ -lamellae [36,37]. Figure 1 demonstrates that all chosen alloys solidify entirely via the  $\beta$ -phase. Figure 1 predicts an ordering reaction  $\beta \rightarrow B2$  at about 1410°C to 1420°C, depending on alloy composition. In a forthcoming study the disorder  $\leftrightarrow$  order transition of the  $\beta/B2$  phase will be investigated in-situ by means of high-energy XRD [26]. Note: in the following B2 is referred to as  $\beta$  unless stated otherwise. From comparison of the three different compositions it is obvious that Mo is a stronger  $\beta$ -stabilizer than Nb. Furthermore, the mole fraction of the  $\beta$ -phase shows a minimum around 1250°C. At that temperature alloy Ti-43Al-4Nb-1Mo-0.1B shows the smallest fraction of  $\beta$ -phase. Increasing the amount of Nb or Mo by 1 at% or 0.5 at%, respectively, the mole fraction of  $\beta$ -phase is considerably increased. It should be noted that below the temperature of the minimum the mole fraction of the  $\beta$ -phase slightly increases or shows an approximately unchanging value. Below the eutectoid temperature ( $\sim 1115^\circ\text{C}$ ) the  $\beta/B2$  phase fraction decreases with decreasing temperature and seems to vanish at about 600°C in case of alloys Ti-43Al-4Nb-1Mo-0.1B and Ti-43Al-5Nb-1Mo-0.1B. From the phase predictions shown in Figure 1 it is obvious that none of the three alloys exhibit a single phase region at temperatures below 1400°C. From the “thermodynamic point of view” alloy Ti-43Al-4Nb-1Mo-0.1B shows the best match with the demands defined in the last preceding paragraph. Therefore, this alloy has been selected as “project alloy” and is referred to as “TNM-B1”. It must be kept in mind that Figure 1 predicts phase conditions present under thermodynamic equilibrium. However,  $\gamma$ -TiAl based alloys, when processed under technical relevant conditions, always show a more or less distinct deviation from phase equilibrium.

Ingots with 65 mm (experimental ingots) and with 230 mm (large-scale ingots) in diameter were prepared by GfE Metalle und Materialien GmbH, Nuremberg, Germany, by means of double vacuum arc melting using commercially pure charge materials and master alloys. TNM-B1 ingots are not susceptible to cracking, as observed for alloys containing higher amounts of Nb

and Mo. For details concerning ingot processing the reader is referred to the following references [31,38]. The ingot with 230 mm in diameter was protected with a diffusion barrier, canned in steel and hot-extruded below  $T_{\alpha}$  to a diameter of about 50 mm of TiAl core material. After extrusion a stress-relieve heat-treatment is applied (950°C/4hrs/furnace cooling).

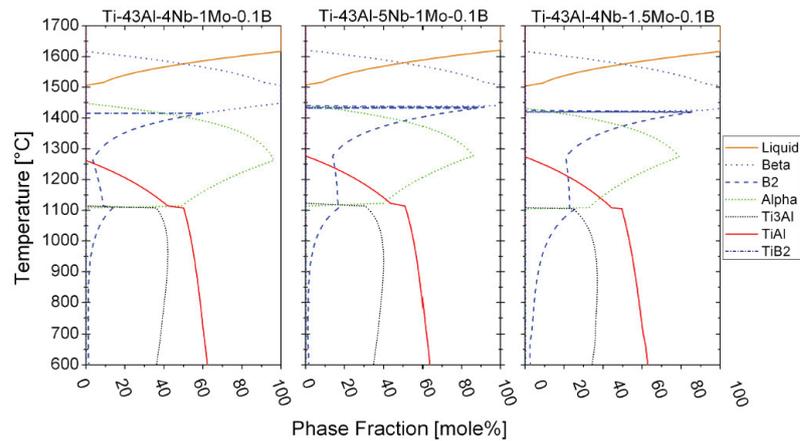


Figure 1: Calculated phase fractions as a function of temperature for three different  $\beta$ /B2-stabilized  $\gamma$ -TiAl based alloys including 450 mass-ppm oxygen. Note the temperature dependence of the  $\beta$ /B2-phase. The phase fraction of  $\beta$ /B2-phase decreases from the eutectoid temperature (here at  $\sim 1115^\circ\text{C}$ ) towards the  $\alpha$ -transus temperature ( $T_{\alpha}$ ), exhibits a minimum at  $T_{\alpha}$ , but increases again for temperatures above  $T_{\alpha}$ . The alloy shown in the left diagram with the nominal composition of Ti-43Al-4Nb-1Mo-0.1B has been selected as “project alloy” and is referred to as “TNM-B1”.

#### Alloy characterization and phase diagram

Figure 2a shows the microstructure of alloy TNM-B1 in as-cast condition. The microstructure consists of equiaxed lamellar ( $\gamma + \alpha_2$ )-colonies with a colony diameter of about 100  $\mu\text{m}$ . The  $\beta$ -phase is mainly located along colony boundaries and only a small volume fraction is present within the colonies. In addition, the existence of rod-like shaped Ti-borides, enriched in Nb and Mo, was detected [16,17]. EDX analysis has provided evidence that the  $\beta$ -phase is more enriched in Mo than in Nb, which confirms that Mo exhibits a higher partition coefficient  $k_{\beta\alpha}$  than Nb [35]. From this observation it is assumed that both  $\beta$ -stabilizing elements have segregated to  $\beta/\alpha$ -interface boundaries during the course of the  $\beta \rightarrow \alpha$  transformation. The  $\beta$ -phase forms no complete layer around the lamellar colonies, but is intersected by small  $\gamma$ -grains. According to Zhang et al. [36] the mixture of  $\beta$  and  $\gamma$  grains as shown in the inset of Figure 2a result from the cellular (discontinuous) reaction  $\beta \rightarrow \beta + \gamma$ . At room temperature the as-cast material shows a high amount of  $\beta$ (B2)-phase which is in contrast to the thermodynamic calculation (Figure 1). This behaviour might be attributed to the high solidification and cooling rate. This finding also implies that a considerable amount of  $\beta$  exists in a metastable state. For the sake of completeness it should be mentioned that the as-cast microstructure can further be refined by subsequent heat-treatments. Annealing in the temperature range of 1250 - 1400°C followed by air cooling leads to

colony sizes well below 50  $\mu\text{m}$  [17]. Recently, for a comparable alloy system similar results have been reported by Imayev et al. [9]. Figure 2b shows alloy TNM-B1 after hot-extrusion in the ( $\alpha + \gamma + \beta$ ) phase field region. During extrusion a refinement of the coarse ingot microstructure took place and the  $\beta$ -phase has been aligned in extrusion direction which also was observed for the borides. After extrusion a stress-relieve heat-treatment at 950°C was applied [17].

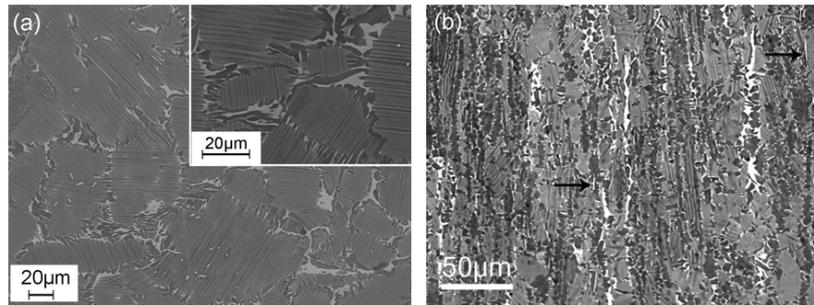


Figure 2: (a) Microstructure of alloy TNM-B1 (Ti-43Al-4Nb-1Mo-0.1B) in as-cast condition. Inset: detail in larger magnification. (b) Microstructure of the same alloy after hot-extrusion in the ( $\alpha + \gamma + \beta$ ) phase field region. Extrusion direction is vertical; extrusion ratio:  $\sim 7:1$ . Arrows: borides aligned in extrusion direction. SEM images taken in BSE mode, i.e.  $\gamma$ -TiAl appears grey to dark,  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al light grey and  $\beta$ (B2) exhibits the brightest contrast.

For an understanding of the solid-state phase reactions taking place during heat-treatments as well as for successful thermo-mechanical processing it is essential to know the phases present in alloy TNM-B1 at a chosen annealing/processing temperature. Therefore, the phase transition temperatures during heating and cooling have been determined by differential scanning calorimetry (DSC) measurements at different heating rates. In order to estimate the influence of the Al content on phase transition temperatures and phase field regions, a number of TNM-B1 variants with different Al concentrations were investigated. In addition, heat-treatments were conducted to verify the results obtained by DSC. In order to interpret the results obtained from DSC measurements and heat-treatments additional thermodynamic calculations were conducted using the CALPHAD method. Figure 3a shows a section of the Ti-xAl-4Nb-1Mo-0.1B phase diagram. The calculated phase diagram shows that solidification via the  $\beta$ -phase ends for an Al content of about 44 at% and no single  $\alpha$ -phase region can be expected for Al concentrations smaller than  $\sim 45$  at%. The dotted lines in Figure 3a schematically show the phase diagram according to our experimental data. For a full and detailed description of the phase diagram the reader is referred to a forthcoming publication [39]. Obviously, there are some serious differences to the calculated phase diagram. Firstly, the position of the eutectoid temperature is underestimated by the thermodynamic calculation. This relatively high difference between predicted and experimental values was also found for other high Nb bearing TiAl alloys and is reported in refs. [15,25]. Secondly, the experimental data give evidence for the existence of a single  $\alpha$ -phase field in alloy TNM-B1. However, if the single  $\alpha$ -phase region is rather small it can be passed without significant growth of the  $\alpha$ -grains, provided the dissolution kinetics of the (metastable)  $\beta$ -phase is slow.

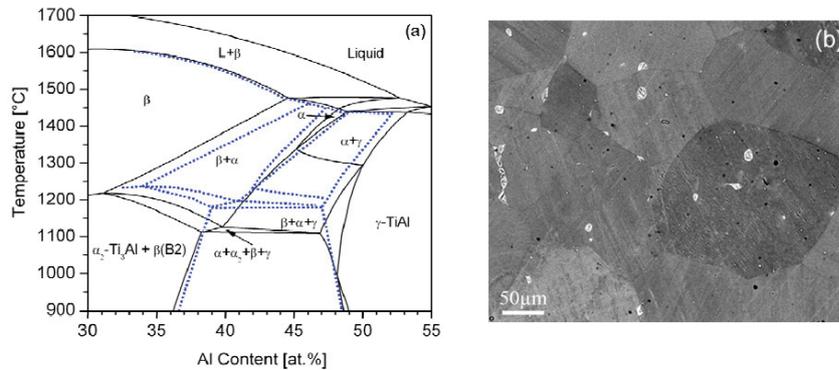


Figure 3: (a) Section of the phase diagram Ti-(30-55)Al-4Nb-1Mo-0.1B including 450 mass-ppm oxygen calculated with the CHALPHAD method (full lines). Dotted lines: proposed phase diagram according to the results of DSC measurements and heat-treatments (see text). (b) Microstructure of a TNM-B1 sample after annealing within the single  $\alpha$ -phase region at 1270°C for 3 hrs. The starting microstructure is shown in Figure 2b. During annealing the  $\alpha$ -grains have grown to an average diameter of about 200  $\mu\text{m}$ . The remaining  $\beta$ -phase (bright contrast) is partly situated along former  $\alpha$ -grain boundaries and triple points. During subsequent air cooling the  $\alpha$ -grains transformed to lamellar ( $\alpha_2 + \gamma$ )-colonies. The SEM image was taken in BSE mode.

In order to check if significant grain growth takes place in the single  $\alpha$ -phase region annealing treatments have been conducted [41]. Figure 3b shows the microstructure of a TNM-B1 sample with an actual Al content of 43.8 at% which was annealed in the single  $\alpha$ -phase region at 1270°C for 3 hrs followed by air cooling. The microstructure of the starting material is depicted in Figure 2b. From Figure 3b it is evident that during annealing the  $\alpha$ -grains have grown and the  $\beta$ -phase almost disappeared. However, a small volume fraction of  $\beta$ -phase was still present (along with the borides) preventing catastrophic grain growth. Many of the  $\beta$ -particles are situated along former  $\alpha$ -grain boundaries and triple points contributing to the so-called “Zener-drag” mechanism [40]. The annealing experiments have shown that during annealing within the proposed single  $\alpha$ -phase region (Figure 3a) the metastable  $\beta$ -phase ( $\beta_m$ ) was not fully dissolved. Therefore, the course of the  $\beta$ -phase fraction with temperature as predicted in Figure 1 is reasonable as long as  $\beta_m$  is not fully dissolved. Consequently, the phase transformation sequence in alloy TNM-B1 upon heating from room temperature can be summarized as follows:  $\alpha_2 + \gamma + \beta \rightarrow \alpha + \gamma + \beta \rightarrow \alpha + \gamma + \beta_m \rightarrow \alpha + \beta_m \rightarrow \beta + \alpha \rightarrow \beta \rightarrow L + \beta \rightarrow L$ .

#### Deformation behaviour and forging tests

##### Lab scale:

In order to study the deformation (plastic flow) behavior of alloy TNM-B1 cylindrical specimens with the dimension  $\varnothing 4\text{mm} \times 10\text{mm}$  were cut from stress-relieved hot-extruded material. The experiments were performed in a deformation dilatometer DIL805A/D supplied by Bähr-Thermoanalyse GmbH. The samples were heated under helium atmosphere up to temperatures in the range of 1240 to 1300°C, held for 10 min and then deformed at rates between 0.05 to 0.5  $\text{s}^{-1}$ . Figure 4 presents schematically the dependence of the flow stress on temperature and strain rate. The flow stress shows a distinct strain rate dependency, which is a specific behavior of  $\gamma$ -TiAl

based alloys [42]. Of particular interest, however, is the pronounced flow stress peak. The temperature of the peak maximum corresponds with that temperature where CALPHAD predicts the minimum fraction of  $\beta$ -phase (Figure 1). For a deformation temperature below the peak maximum the flow stress decreases as it decreases for temperatures above the flow stress maximum. The behavior of the flow stress correlates directly with the present volume fraction of the  $\beta$ -phase. The disordered  $\beta$ -phase with bcc lattice provides a sufficient number of independent slip systems. Thus, it improves the deformability at elevated temperature, where, for example, processes such as rolling and forging are carried out. Of particular technological importance is the fact, that alloy TNM-B1 shows a “robust” hot-working behavior und possesses a wide deformation window either above or below the  $\alpha$ -transus temperature. It should be noted that either way hot-working is conducted within phase regions where at least two phases exist (Figure 3).

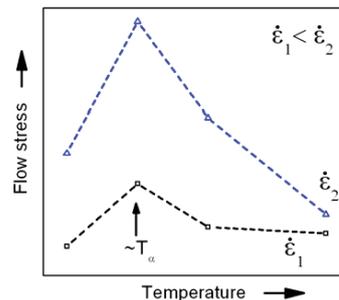


Figure 4: Dependence of the flow stress of alloy TNM-B1 on temperature and strain rate. Because of confidentiality reasons the numerical values have been omitted. The temperature ( $\sim T_\alpha$ ) where the maximum of the flow stress occurs corresponds with that temperature where CALPHAD predicts the minimum fraction of  $\beta$ -phase (Figure 1).

#### Industrial scale:

The industrial forging tests were performed on a conventional 1000t hydraulic press without any special isothermal forging equipment. However, due to the high strain rate sensitivity of  $\gamma$ -TiAl alloys (Figure 4) and thus the low die speed in the forging process, the dies are pre-heated prior to forging to avoid excessive cooling during deformation. During forging the die temperature is approximately 400 - 800°C below the billet temperature. The hydraulic press has been specially automated to provide the possibility to run at low die speeds and to allow an exact control of die speed, position and temperature during the whole process. More information on the industrial forging process is given by Kremmer et al. [18,43]. The billets for the forging experiments were produced via the ingot metallurgy route as described in one of the previous sections. After extrusion the material was cut into cylinders between 40 and 80 mm in length and mechanically turned to a diameter of 40 or 50 mm. Prior to forging a heat shielding layer was applied to the billet to reduce heat loss during transfer from the furnace to the press as well as during the initial forging process. The TNM-B1 billet was heated up to forging temperature in an electric furnace under argon atmosphere. After holding on temperature for a defined time the billet was manually transferred into the press within 5 seconds and the forging process was started. The total contact time between the billet and the dies can last up to 60 seconds depending on die speed and total stroke. The hot-workability of the TNM-B1 alloy was evaluated by performing various forging experiments using a parameter matrix of different billet temperatures, die temperatures and die

speeds. In order to prove the feasibility of a blade forging process where upsetting (pressing along extrusion direction) and side-pressing (pressing perpendicular to extrusion direction) of the material is necessary, the experimental setup included upsetting experiments using cylinders with a diameter of 40 mm and a length of 40 mm as well as side pressing experiments with cylinders of 40 mm in diameter and 40-80 mm in length. In Figure 5 representative results from a set of various TNM-B1 forging experiments are shown together with a forged blade pre-form. A representative microstructure is also displayed in Figure 5. Analysing the forging experiments, it was found that the forging window of alloy TNM-B1 is significantly extended when compared to other high Nb bearing  $\gamma$ -TiAl based alloys [18]. The observed widening can mainly be attributed to the presence of the bcc  $\beta$ -phase at forging temperature and its influence on the deformation behaviour (Figure 4). Further, it is possible to forge this alloy above  $T_{\alpha}$ , where extensive grain growth is suppressed due to the presence of a  $(\alpha + \beta)$  phase region. Therefore, variations in the chemical composition of the alloy and their effect on the shift of  $T_{\alpha}$ , as explained above, are not that critical in case of alloy TNM-B1.

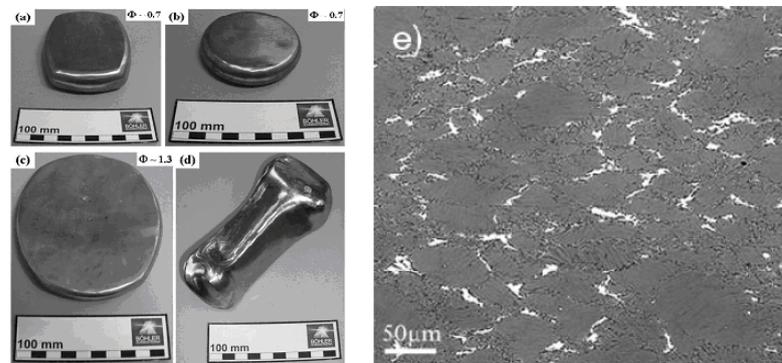


Figure 5: TNM-B1 billets after (a) side-pressing to an overall strain of 0.7, (b) upsetting to an overall strain of 0.7 and (c) side-pressing to an overall strain of 1.3. (d) Grinded TNM-B1 blade pre-form manufactured by upsetting both sides of a cylindrical bar and consequent side pressing to the final shape. (e) Microstructure of a forged TNM-B1 billet. The microstructure consists of lamellar  $(\alpha_2 + \gamma)$ -colonies with  $\beta$ -phase (bright contrast) situated on colony boundaries and triple points. SEM image taken in BSE mode.

#### Heat treatments and microstructural stability

Samples were taken from forged pancakes (e.g. see Figure 5, pancake c) and subjected to heat-treatments aiming at a reduction of the  $\beta$ -phase and to adjust a microstructure capable to provide the demanded mechanical properties. For example, Figure 6 shows a microstructure which has been formed during a two-step heat-treatment: 1240°C/1hr/air cooling (AC) + 850°C/6 hrs/furnace cooling (FC). The first step, conducted within the  $(\alpha + \gamma + \beta_m)$  phase field region, adjusts the size of the  $\alpha$ -grains which then transform to  $(\alpha_2 + \gamma)$  lamellar colonies upon air cooling. Due to the high cooling rate a very fine lamellar spacing is developed. In addition, the volume fraction of the  $\beta$ -phase is reduced because the chosen temperature is close to that temperature where the minimum of the  $\beta$ -phase is expected (Figure 1). Because the annealing step is performed in the  $(\alpha + \gamma + \beta)$  phase region, a certain amount of small  $\gamma$ -grains is present

after cooling to room temperature. The second step of the heat-treatment, annealing at 850°C for 6 hrs followed by furnace cooling, is a so-called “stabilization” treatment. Here, a further removal of  $\beta$ -phase takes place (see Figure 1) and the constituting phases approach a condition closer to thermodynamic equilibrium. The inset in Figure 6 shows the remaining  $\beta$ -phase in larger magnification. Evidently, a solid-state reaction occurred in the course of the second heat-treatment step. The mixture of  $\beta$  and  $\gamma$  grains may result from the cellular (discontinuous) reaction  $\beta \rightarrow \beta + \gamma$  as reported in refs. [9,11,36], whereas the lens-shaped  $\gamma$ -plates are the product of a  $\beta \rightarrow \gamma$  solid-state transformation. Presently, the microstructural stability upon long-term exposure to temperatures in the range of 700 to 800°C is investigated, because it is known that especially Mo bearing TiAl based alloys tend to decomposition effects which affect the microstructure and, thus, might deteriorate mechanical properties. The outcome of these investigations will be used for a fine-tuning of the alloy’s composition.

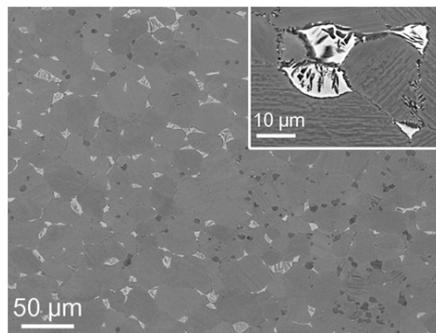


Figure 6: Microstructure of alloy TNM-B1 after a two-step heat-treatment (1240°C/1hr/AC + 850°C/6hrs/FC). The microstructure is an assembly of lamellar ( $\alpha_2 + \gamma$ )-colonies with an average size below 100  $\mu\text{m}$  and small isolated  $\gamma$  (dark contrast) and  $\beta$  (bright contrast) grains essentially situated at colony boundaries and triple points. Inset: enlarged view of a  $\beta$ -phase particle which shows the occurrence of solid-state phase transformations. The dark phase within the  $\beta$ -particle is  $\gamma$ -TiAl (see text). SEM images taken in BSE mode.

### Summary

Thermodynamic calculations based on the CALPHAD method were used to define a  $\beta$ -solidifying TiAl based alloy which exhibits a “tuneable”  $\beta$ -phase volume fraction at temperatures where hot-deformation processes, such as forging, rolling, etc., are conducted. The investigated  $\beta$ -solidifying alloy Ti-43Al-4Nb-1Mo-0.1B, termed TNM-B1, shows a homogeneous and fine-grained microstructure in the as-cast state. The results of DSC measurements and heat-treatments were used to propose the relevant section of the Ti-xAl-4Nb-1Mo-0.1B phase diagram. Due to a high volume fraction of  $\beta$ -phase the alloy can be forged under near conventional conditions. Alloy TNM-B1 shows a wide forging window with regard to billet temperature, die temperature, and die speed, providing the foundation for a robust industrial forging process. The technical feasibility of manufacturing a turbine blade component in a three step forging process has been demonstrated. With subsequent heat-treatments a defined and significant reduction of the  $\beta$ -phase is achieved, as predicted by thermodynamic calculations.

### Acknowledgments

The authors thank Dr. Wilfried Smarsly, MTU Aero Engines, for many stimulating discussions. A part of this study has been supported by the Styrian Materials Cluster and the German Science Foundation, DFG (projects BA 1147/1-1).

### References

1. *Gamma Titanium Aluminides 2003*, eds. Y-W. Kim, H. Clemens and A. H. Rosenberger (Warrendale, PA: TMS, 2003).
2. F. Appel, M. Oehring, *Titanium and Titanium Alloys*, eds. C. Leyens and M. Peters (Weinheim, Germany: WILEY- VCH GmbH & Co. KGaA, 2003) 89-152.
3. H. Kestler, H. Clemens, *Titanium and Titanium Alloys*, eds. C. Leyens and M. Peters (Weinheim, Germany: WILEY- VCH GmbH & Co. KGaA, 2003) 351-392.
4. F. Appel, M. Oehring, R. Wagner, *Intermetallics*, 8 (2000) 1283-1312.
5. F. Appel, U. Brossmann, U. Christoph, S. Eggert, P. Janschek, U. Lorenz, J. Müllauer, M. Oehring, J. D. H. Paul, *Adv. Engin. Mater.*, 11 (2000) 699-720.
6. C. Leyens, *Titanium and Titanium Alloys*, eds. C. Leyens and M. Peters (Weinheim, Germany: WILEY- VCH GmbH & Co. KGaA, 2003) 187-230.
7. V. Küstner, M. Oehring, A. Chatterjee, V. Güther, H.-G. Brokmeier, H. Clemens, *Gamma Titanium Aluminides 2003*, eds. Y-W. Kim, H. Clemens and A. H. Rosenberger (Warrendale, PA: TMS, 2003), 89-96.
8. V. Küstner, Ph.D. thesis, Christian-Albrechts-Universität zu Kiel, Kiel, Germany (2003).
9. R. M. Imayev, V. M. Imayev, M. Oehring, F. Appel, *Intermetallics*, 15 (2007), 451-460.
10. T. Tetsui, K. Shindo, S. Kobayashi, M. Takeyama, *Scripta Materialia*, 47 (2002), 399-403.
11. T. Tetsui, K. Shindo, S. Kobayashi, M. Takeyama, *Intermetallics*, 11 (2003), 299-306.
12. T. Tetsui, K. Shindo, S. Kaji, S. Kobayashi, M. Takeyama, *Intermetallics*, 13 (2005), 971-978.
13. F. Appel, M. Oehring, J. D. H. Paul, *Adv. Engin. Mater.*, 8 (2006) 371-376.
14. T. T. Cheng, M. H. Loretto, *Acta Materialia*, 46 (1998) 4801-4819.
15. H. F. Chladil, H. Clemens, G. A. Zickler, M. Takeyama, E. Kozeschnik, A. Bartels, T. Bulaps, R. Gerling, S. Kremmer, L. Yeoh, K.-D. Liss, *Int. J. Mat. Res. (formerly Z. Metallkunde)*, 98 (2007) 1131-1137.
16. H. F. Chladil, Ph.D. thesis, Montanuniversität, Leoben, Austria (2007).
17. H. F. Chladil, H. Clemens, A. Otto, V. Güther, S. Kremmer, A. Bartels, R. Gerling, *Berg- und Hüttenmännische Monatshefte (BHM)*, 151 (2006), 356-361.
18. S. Kremmer, H. F. Chladil, H. Clemens, A. Otto, V. Güther, Proc. 11<sup>th</sup> World Conference on Titanium (2007), in print.
19. G. L. Chen, W. J. Zhang, Z. C. Liu, S. J. Li, Y-W. Kim, *Gamma Titanium Aluminides 1999*, eds. Y-W. Kim, D. M. Dimiduk and M. H. Loretto (Warrendale, PA: TMS, 1999), 371-380.
20. D. Nguyen-Manh, D. G. Pettifor, *Gamma Titanium Aluminides 1999*, eds. Y-W. Kim, D. M. Dimiduk and M. H. Loretto (Warrendale, PA: TMS, 1999), 175-182.
21. T. H. Yu, C. H. Koo, *Mat. Sci. Eng.*, A 239-240 (1997), 694-701.
22. E. A. Loria, *Intermetallics*, 8 (2000), 1339-1345.
23. X. Wu, *Intermetallics*, 14 (2006), 1114-1122.
24. A. Lasalmonie, *Intermetallics*, 14 (2006), 1123-1129.
25. H. Chladil, H. Clemens, H. Leitner, A. Bartels, R. Gerling, F.-P. Schimansky, S. Kremmer, *Intermetallics*, 14 (2006), 1194-1198.

26. K.-D. Liss, A. Bartels, H. Clemens, S. Bystrzanowski, A. Stark, T. Buslaps, F.-P. Schimansky, R. Gerling, C. Scheu, A. Schreyer, *Acta Materialia*, 54 (2006), 3721-3735.
27. L. Yeoh, K.-D. Liss, A. Bartels, H. F. Chladil, M. Avdeev, H. Clemens, R. Gerling, T. Buslaps, *Scripta Materialia*, 57 (2007), 1145-1148.
28. A. Bartels, S. Bystrzanowski, H. F. Chladil, H. Leitner, H. Clemens, R. Gerling, F.-P. Schimansky, *Mater. Res. Symp. Proc. Vol.*, 842 (2005) S5.48.1.
29. C. Scheu, L. Cha, S. Sturm, H. F. Chladil, P. H. Mayrhofer, H. Clemens, A. Bartels, W. Wolf, R. Podloucky, *Mater. Res. Symp. Proc. Vol.*, 980 (2007) 0980-II05-01.
30. A. Stark, A. Bartels, F.-P. Schimansky, R. Gerling, H. Clemens, these proceedings.
31. V. Güther, A. Otto, J. Klose, C. Rothe, H. Clemens, W. Kachler, S. Kremmer, these proceedings
32. H. Clemens, A. Bartels, S. Bystrzanowski, H. F. Chladil, H. Leitner, G. Dehm, R. Gerling, F.-P. Schimansky, *Intermetallics*, 14 (2006), 1380-1385.
33. F. Appel, J. D. H. Paul, M. Oehring, U. Fröbl, U. Lorenz, *Metall. Mater. Trans. A*, 34 (2003), 2149-2164.
34. N. Saunders, *Gamma Titanium Aluminides 1999*, eds. Y.-W. Kim, D. M. Dimiduk and M. H. Loretto (Warrendale, PA: TMS, 1999), 183-194.
35. R. Kainuma, Y. Fujita, H. Mitsui, I. Ohnuma, K. Ishida, *Intermetallics*, 8 (2000), 855-867.
36. Z. Zhang, K. J. Leonard, D. M. Dimiduk, V. K. Vasudevan, *Structural Intermetallics 2001*, eds. K. J. Hemker, D. M. Dimiduk, H. Clemens, R. Darolia, H. Inui, J. M. Larsen, V. K. Sikka, M. Thomas, and J. D. Whittenberger (Warrendale, PA: TMS, 2001), 515-526.
37. Y.-W. Kim, D. M. Dimiduk, *Structural Intermetallics 2001*, eds. K. J. Hemker, D. M. Dimiduk, H. Clemens, R. Darolia, H. Inui, J. M. Larsen, V. K. Sikka, M. Thomas, and J. D. Whittenberger (Warrendale, PA: TMS, 2001), 625-632.
38. V. Güther, A. Chatterjee, H. Kettner, *Gamma Titanium Aluminides 2003*, eds. Y.-W. Kim, H. Clemens and A. H. Rosenberger (Warrendale, PA: TMS, 2003), 241-247.
39. W. Wallgram, B. Böck, H. Clemens, S. Kremmer, V. Güther, A. Bartels, *Intermetallics* (in preparation).
40. D. A. Porter, K. E. Easterling, *Transformations in Metals and Alloys* (Cheltenham, UK: Nelson Thornes Ltd., 2001), 139-142.
41. H. Clemens, H. F. Chladil, W. Wallgram, G. A. Zickler, R. Gerling, K.-D. Liss, S. Kremmer, V. Güther, W. Smarsly, *Intermetallics* (2008), submitted for publication.
42. F. Appel, H. Kestler and H. Clemens, *Intermetallic Compounds – Principles and Practice, Volume 3, Progress*, eds.: J. H. Westbrook and R. L. Fleischer (Chichester, UK: John Wiley Publishers, 2002), 617-642.
43. S. Kremmer, H. F. Chladil, W. Wallgram, H. Clemens, A. Otto, V. Güther, A. Bartels, W. Smarsly, these proceedings.

## 7.2. Veröffentlichung 2

Intermetallics 16 (2008) 827–833



Contents lists available at ScienceDirect

Intermetallics

journal homepage: [www.elsevier.com/locate/intermet](http://www.elsevier.com/locate/intermet)In and ex situ investigations of the  $\beta$ -phase in a Nb and Mo containing  $\gamma$ -TiAl based alloyH. Clemens<sup>a,\*</sup>, H.F. Chladil<sup>a</sup>, W. Wallgram<sup>a</sup>, G.A. Zickler<sup>b</sup>, R. Gerling<sup>c</sup>, K.-D. Liss<sup>d</sup>, S. Kremmer<sup>e</sup>, V. Güther<sup>f</sup>, W. Smarsly<sup>g</sup><sup>a</sup> Department of Physical Metallurgy and Materials Testing, Montanuniversität, A-8700 Leoben, Austria<sup>b</sup> Christian Doppler Laboratory for Early Stages of Precipitation, A-8700 Leoben, Austria<sup>c</sup> Institute of Materials Research, GKSS Research Centre, D-21502 Geesthacht, Germany<sup>d</sup> Bragg Institute, Australian Nuclear Science and Technology Organisation, Lucas Heights NSW 2234, Australia<sup>e</sup> Böhler Schmelztechnik GmbH&Co KG, A-8605 Kapfenberg, Austria<sup>f</sup> GfE Metalle und Materialien GmbH, D-90431 Nuremberg, Germany<sup>g</sup> MTU Aero Engines GmbH, D-80995 Munich, Germany

## ARTICLE INFO

## Article history:

Received 1 February 2008

Received in revised form 26 March 2008

Accepted 28 March 2008

Available online 13 May 2008

Dedicated to Dr. Arno Bartels on the occasion of his 65th birthday.

## Keywords:

- A. Titanium aluminides, based on TiAl
- B. Alloy design
- B. phase identification
- B. texture
- E. Phase diagram, prediction

## ABSTRACT

In a  $\beta$ -stabilized Ti–43Al–4Nb–1Mo–0.1B alloy (composition in atomic percent) the correlation between the occurrence of  $\beta$ -phase and temperature was analyzed experimentally and compared to thermodynamic calculations. Results from in situ high-energy X-ray diffraction, texture measurements, heat treatments, scanning electron microscopy, and temperature-dependent flow stress measurements were used to study the evolution of the  $\beta$ -phase with temperature. Thermodynamic calculations based on the CALPHAD method were applied to correlate the phases developed in the  $\beta$ -solidifying TiAl based alloy under investigation. This alloy is characterized by an adjustable  $\beta$ -phase volume fraction at temperatures where hot-work processes such as forging and rolling are conducted. Due to a high volume fraction of  $\beta$ -phase at elevated temperatures the hot-extruded alloy can be forged under near conventional conditions. © 2008 Elsevier Ltd. All rights reserved.

## 1. Introduction

The continuous demand for weight reduction and higher engine efficiencies in automotive, aerospace and energy industries pushes the materials applied today towards their limits. Therefore, these industries have a strong need for developing novel light-weight materials which can withstand temperatures up to 800 °C, while maintaining acceptable mechanical properties. Intermetallic  $\gamma$ -TiAl based alloys are certainly among the most promising candidates to fulfill the required thermal and mechanical specifications [1–3]. Especially, TiAl alloys with high Nb-contents, showing a baseline composition of Ti–(42–45)Al–(5–10)Nb (at%), have attracted much attention because of their high creep strength, good ductility at room temperature and excellent oxidation resistance [1–6]. Nb reduces the stacking fault energy in  $\gamma$ -TiAl, retards diffusion processes and modifies the structure of the oxidation layer [2,4,6]. Cast alloys based

on Ti–45Al, which solidify via the  $\beta$ -phase, exhibit an isotropic, equiaxed and texture-free microstructure with modest micro-segregation whereas peritectic alloys (solidification via the  $\alpha$ -phase) show anisotropic microstructures as well as significant texture and segregation [7,8]. Alloy design concepts for  $\gamma$ -TiAl based alloys showing refined cast microstructures were recently reported by Imayev et al. [9]. In order to increase the economic feasibility of wrought processing for the manufacture of  $\gamma$ -TiAl components, alloys are needed which can be processed “near conventionally”, e.g. a conventional forging equipment with minor and inexpensive modifications can be used. Thus, a fine-grained casting microstructure is favourable to both, ingot breakdown and secondary forming operations [2,3]. The alloys should be designed to allow for robust industrial heat treatments, i.e. the alloy must tolerate a specified (and realistic) variation of the constituting elements, without pronounced changes of phase transition temperatures and phase volume fractions and related variations in mechanical properties. An alloy design strategy to improve the hot-workability of TiAl alloys is to exploit a combination of thermo-mechanical processing and additional alloying elements to induce the disordered  $\beta$ -phase at elevated

\* Corresponding author. Tel.: +43 3842 402 4200; fax: +43 3842 402 4202.  
E-mail address: [helmut.clemens@unileoben.ac.at](mailto:helmut.clemens@unileoben.ac.at) (H. Clemens).

temperatures as ductile phase [10–13]. The disordered  $\beta$ -phase with bcc lattice provides a sufficient number of independent slip systems. Thus, it may improve the deformability at elevated temperature, where, for example, processes such as rolling and forging are performed. Several authors [10,13–19] have demonstrated that, by stabilizing the  $\beta$ -phase through alloying with Nb, Ta, Mo or other elements, an improvement in hot-workability can be achieved and novel types of microstructures can be adjusted by exploiting a multitude of solid-state transformations. From a processing related point of view the alloy should fulfill the following demands: (i) after casting and solidification, the alloy should possess a refined equiaxed microstructure with no significant casting texture. (ii) The composition of the alloy must be defined to ensure a solidification path according to  $L \rightarrow L + \beta \rightarrow \beta \rightarrow \dots$ , instead of a peritectic solidification pathway,  $L \rightarrow L + \beta \rightarrow \alpha \rightarrow \dots$ , which is prone to segregation [7,9]. (iii) During ingot breakdown as well as secondary hot-forming operations a significant volume fraction of disordered  $\beta$ -phase should be present, which improves the deformability at elevated temperature and suppresses grain growth. At service temperature, however, the volume fraction of the  $\beta$ -phase, which then shows an ordered B2 structure, should be insignificant in order not to deteriorate creep properties [20]. (Note: in the following B2 is referred to as  $\beta$ /B2 unless stated otherwise). (iv) In order to avoid uncontrollable grain coarsening effects during hot-processing as well as during adjustment of the microstructure through subsequent heat treatments the existence of a single phase region at elevated temperatures should be avoided, i.e. transitions such as  $\alpha + \gamma \rightarrow \alpha$  must be suppressed. Another possibility is to keep the  $\alpha$ -phase region very small. In this case the single  $\alpha$ -field can be passed without significant grain coarsening as long as the dissolution kinetics of the  $\beta$ /B2-phase is decelerated by the presence of alloying elements with a low diffusibility, e.g. Nb and Mo.

## 2. Alloy selection and experimental

In order to select an alloy which fulfills the demands as defined in the previous section, thermodynamic calculations based on the CALPHAD method were conducted for the prediction of the constituent phases and the related transition temperatures. Two different software packages – ThermoCalc<sup>®</sup> and MatCalc – were applied using the same commercial TiAl database [21]. In recent publications, however, the thermodynamic database used was found to poorly describe the transition temperatures and phase proportions in high Nb bearing  $\gamma$ -TiAl based alloys as reported in Ref. [15,22]. Therefore, it should be pointed out that the following calculation was conducted to study alloying trends rather than to give absolute values on phase fractions and transition temperatures. Fig. 1 shows the calculated phase fractions as a function of temperature for the investigated Ti–43Al–4Nb–1Mo–0.1B alloy. Nb decreases the stacking fault energy in  $\gamma$ -TiAl, slows down diffusion processes in both,  $\gamma$ -TiAl and  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al and improves the oxidation behaviour [2,4,6]. Like Nb, Mo raises the activation energy of diffusion in  $\gamma$  and  $\alpha_2$ , but exhibits a much higher partition coefficient  $k_{\beta\alpha}$  than Nb [23]. It must be taken into account that phases, when stabilized by such slow-diffusing elements, are expected to exhibit a sluggish dissolution behaviour. A boron content of 0.1 at% was selected to ensure a grain refining effect during solidification [24,25]. Boron, which tends to form very stable borides is also beneficial in case of heat treatments conducted at high temperatures. Here, the borides retard grain coarsening by pinning of the grain boundaries [3,25]. In addition, the borides favour the formation of the lamellar microstructure ( $\alpha \rightarrow \alpha + \gamma$ ) over the massive transformation ( $\alpha \rightarrow \gamma_M$ ) by heterogeneous nucleation of  $\gamma$ -lamellae [24,25]. From Fig. 1 it is evident that Ti–43Al–4Nb–1Mo–0.1B solidifies entirely via the  $\beta$ -phase. Furthermore, the mole fraction of the  $\beta$ -phase shows a minimum around 1250 °C. It should be noted

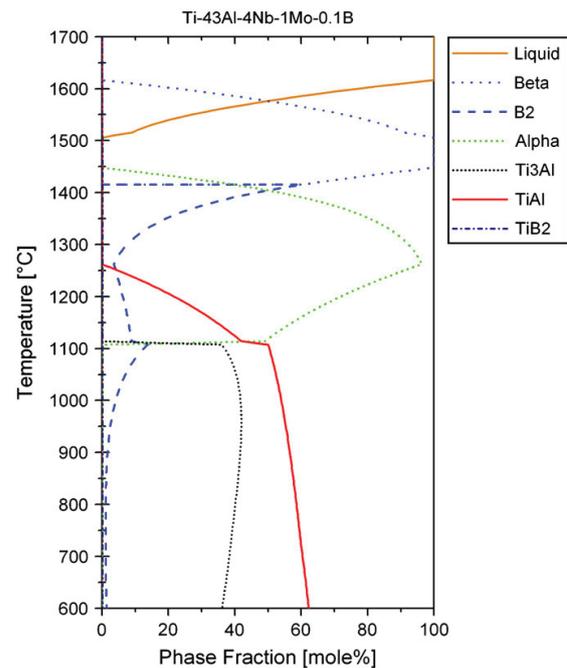


Fig. 1. Calculated phase fractions as a function of temperature for the investigated alloy Ti–43Al–4Nb–1Mo–0.1B including 450 mass ppm oxygen. Note the temperature dependence of the  $\beta$ -phase. The phase fraction of  $\beta$ -phase decreases from the eutectoid temperature (here at  $\sim 1115$  °C) towards the  $\alpha$ -transus temperature ( $T_\alpha \sim 1265$  °C), exhibits a minimum at  $T_\alpha$  and increases again for temperatures above  $T_\alpha$ .

that below the temperature of the minimum the mole fraction of the  $\beta$ -phase slightly increases or shows an approximately unchanging value. Below the eutectoid temperature ( $\sim 1115$  °C) the  $\beta$ -phase fraction decreases with decreasing temperature and seems to vanish at about 600 °C. From the phase predictions shown in Fig. 1 it is obvious that the chosen alloy exhibits no single phase region at temperatures below 1400 °C. However, it must be kept in mind that Fig. 1 predicts phase conditions present under thermodynamic equilibrium and that the used database has already shown an inaccuracy in the prediction of phase proportions in  $\gamma$ -TiAl based alloys possessing high Nb concentrations [15,22]. However,  $\gamma$ -TiAl based alloys, when processed under technical relevant conditions, always show a more or less pronounced deviation from phase equilibrium which makes any comparison difficult.

Ti–43Al–4Nb–1Mo–0.1B ingots with 65 mm (experimental ingots) and with 230 mm (large-scale ingots) in diameter were prepared by GfE Metalle und Materialien GmbH, Nuremberg, Germany, by means of double vacuum arc melting using commercially pure charge materials and master alloys. The total amount of interstitial impurities was well below 750 mass ppm. For details concerning ingot processing the reader is referred to Ref. [26]. The large-scale ingot was protected with a diffusion barrier, canned in steel and hot extruded below  $T_\alpha$  to a diameter of about 50 mm of TiAl core material. After extrusion a stress-relieve heat treatment was applied (950 °C/4 h/furnace cooling).

The distribution and constitution of the phases in the as-cast as well as hot-extruded and stress-relieved alloy were analyzed using a Zeiss Evo 50 scanning electron microscope (SEM) equipped with an Oxford Instruments Inco Crystal 300.

For texture analysis of the as-cast alloy neutron diffraction was applied which allows examination of the whole body of a sample of

some cubic centimetres [7]. The measurements were carried out at the TEX-2 diffractometer of GKSS Research Centre using cylindrical specimens of 10 mm in diameter, which were cut from the centre of an experimental Ti–43Al–4Nb–1Mo–0.1B ingot, parallel to its symmetry axis. Quantitative textures were calculated using the iterative series expansion method proposed by Dahms and Bunge [27] with a degree of series expansion of  $l_{\max} = 22$ . The advantage of this method is that fewer pole figures are required when compared with standard series expansion methods.

In situ high-energy X-ray diffraction (HE-XRD) studies regarding the occurring solid-state phase transformations and the temperature dependence of the  $\beta$ -phase were performed at the beamline ID15B at the European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) in Grenoble, France. For the experiment, a custom-made diffraction furnace was used which heated the specimen up to 1400 °C. Heating was conducted under constant flow of helium to avoid oxidation of the sample surface. The furnace had an entrance hole for the primary X-ray beam and an exit window for the scattering intensity (Debye–Scherrer rings) with an opening angle of 15°. Both X-ray windows were equipped with foils of polyimide (Kapton®, DuPont®, Wilmington, DE, USA) in order to hold the controlled atmosphere. The samples were machined to geometries of cylinders with a diameter of 4 mm and were mounted on a ceramic sample holder for the in situ diffraction furnace. The specimen was continuously heated to 800 °C with a heating rate of 5 K min<sup>-1</sup> and further heated to 1400 °C with 2 K min<sup>-1</sup>. Monochromatic synchrotron radiation with a nominal energy of 89.05 keV and an energy resolution of  $\Delta E/E = 10^{-3}$  was used. The cross-section of the primary beam at the sample position was defined as  $100 \times 100 \mu\text{m}^2$ . The intensity of the primary beam was measured by a photo diode. HE-XRD patterns were taken continuously during the in situ heat treatment with a time interval of 2 min between two measurements. The specimen was continuously rotated during exposure to avoid texture effects and obtain smooth Debye–Scherrer rings. A two-dimensional image plate detector (mar345, Marresearch, Norderstedt, Germany) with a resolution of  $2300 \times 2300$  pixels (pixel size:  $150 \times 150 \mu\text{m}^2$ ) was used for detecting the scattered photons. The diffraction patterns covered a range of scattering vector of  $2.8 \text{ nm}^{-1} < q < 64 \text{ nm}^{-1}$ , where the length of the scattering vector is given by  $|q| = q = (4\pi/\lambda) \sin \theta$ , with  $2\theta$  being the scattering angle and  $\lambda$  the wavelength. An exposure time of 20 s yielded a diffraction pattern with excellent counting statistics. The average readout of the detector data took 90 s. The diffraction patterns were corrected for background scattering and were normalized to the primary intensity of the synchrotron X-ray flux by using the data reduction software program FIT2D [28]. The measurements showed isotropic Debye–Scherrer diffraction rings, which were azimuthally averaged for equal radial distances from the central X-ray beam.

In order to study the deformation (plastic flow) behaviour of alloy Ti–43Al–4Nb–1Mo–0.1B, cylindrical specimens with dimension  $\varnothing 4 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$  were cut from stress-relieved hot-extruded material. The experiments were performed in a deformation dilatometer DIL805A/D supplied by Bähr-Thermoanalyse GmbH. The samples were heated under helium atmosphere up to temperatures in the range of 1240–1300 °C, held for 10 min and then deformed at rates between 0.05 and 0.5 s<sup>-1</sup>.

Forging tests on an industrial scale were performed on a conventional 10MN hydraulic press without any special isothermal forging equipment. However, due to the high strain rate sensitivity of  $\gamma$ -TiAl alloys and thus the low die speed in the forging process, the dies were pre-heated prior to forging to avoid excessive cooling during deformation. The die temperature during forging was approximately 400–800 °C below the billet temperature. The hydraulic press has been specially automated for low die speeds and to allow an exact control of die speed, position and temperature

during the whole process. The billets for the forging experiments on an industrial scale were produced via the ingot metallurgy route as described above. After extrusion the material is cut into cylinders between 40 and 80 mm in length and mechanically turned to a diameter of 40 or 50 mm. Prior to forging a heat shielding layer is applied to the billet to reduce heat loss during transfer from the furnace to the press as well as during the initial forging process. The billet was heated up to a forging temperature above  $T_\alpha$  in an electric furnace under argon atmosphere [18]. After holding on temperature for a defined time the billet was manually transferred into the press within 5 s and the forging process is started. The total contact time between the billet and the dies can last up to 60 s depending on die speed and total stroke. More information on the industrial forging process is given by Kremmer et al. [18].

### 3. Results and discussions

Fig. 2a shows the microstructure of alloy Ti–43Al–4Nb–1Mo–0.1B in as-cast condition. The microstructure can be explained by a complete solidification via the  $\beta$ -phase [7,9,17] as predicted in Fig. 1. It consists of equiaxed lamellar ( $\gamma + \alpha_2$ )-colonies with a colony diameter of about 100  $\mu\text{m}$ . The  $\beta/\beta_2$ -phase is mainly located

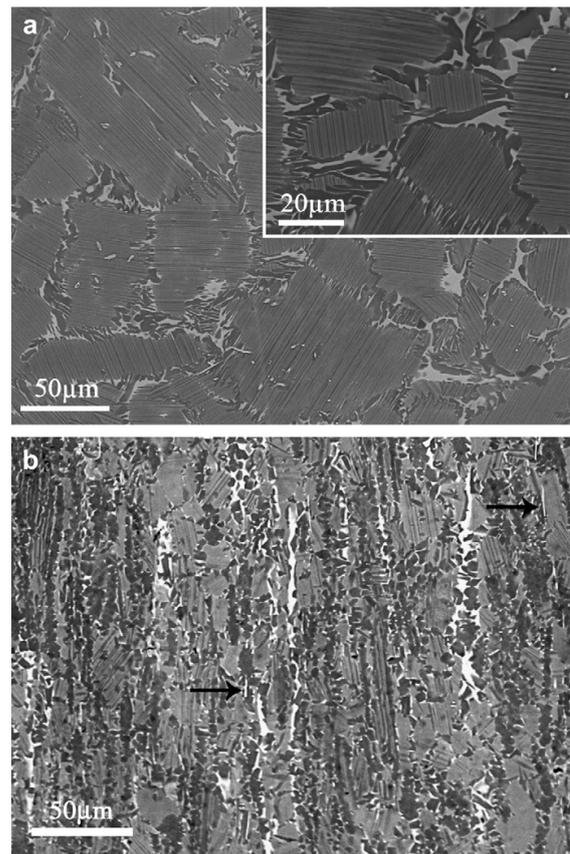


Fig. 2. (a) Microstructure of alloy Ti–43Al–4Nb–1Mo–0.1B in as-cast condition. Inset: detail in larger magnification. (b) Microstructure of the same alloy after hot extrusion below the  $\alpha$ -transus temperature. The extrusion direction is vertical; extrusion ratio:  $\sim 7:1$ . Arrows: borides aligned in extrusion direction. SEM images taken in back-scattered electron (BSE) mode, i.e.  $\gamma$ -TiAl appears grey to dark,  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al light grey and  $\beta$  exhibits the brightest contrast.

along colony boundaries and only a small volume fraction is present within the colonies. In addition, the existence of rod-shaped Ti-borides, enriched in Nb and Mo, was detected [16,17]. EDX analysis has provided evidence that the  $\beta$ -phase is more enriched in Mo than in Nb, which confirms that Mo exhibits a higher partition coefficient  $k_{\beta\alpha}$  than Nb [23]. From this observation it is assumed that both  $\beta$ -stabilizing elements have segregated to  $\beta/\alpha$ -interface boundaries in the course of the  $\beta \rightarrow \alpha$  transformation. However, the  $\beta/\beta_2$ -phase does not form a complete layer around the lamellar colonies, but is intersected by small  $\gamma$ -grains. According to Zhang et al. [24] the mixture of  $\beta/\beta_2$  and  $\gamma$ -grains as shown in the inset of Fig. 2a results from the cellular (discontinuous) reaction  $\beta \rightarrow \beta + \gamma$ . At room temperature the as-cast material shows a high amount of  $\beta/\beta_2$ -phase which is inconsistent with the thermodynamic calculation shown in Fig. 1. This behaviour might be attributed to both the high solidification and cooling rates. This finding also implies that a considerable amount of  $\beta/\beta_2$  must exist in a metastable state. For the sake of completeness it should be mentioned that the as-cast microstructure (Fig. 2a) can further be refined by subsequent heat treatments. Annealing in the temperature range of 1250–1400 °C followed by air cooling leads to colony sizes well below 50  $\mu\text{m}$  as reported by Chladil et al. [17]. Recently, for a comparable alloy system similar results have been reported by Imayev et al. [9].

Fig. 2b shows alloy Ti–43Al–4Nb–1Mo–0.1B after hot extrusion below the  $\alpha$ -transus temperature ( $T_\alpha \sim 1260$  °C, as determined by DSC measurements [16]). During extrusion a refinement of the ingot microstructure took place and the  $\beta/\beta_2$ -phase has been aligned in extrusion direction which also was observed for the borides [16]. After extrusion a stress-relieve heat treatment at 950 °C was applied [17].

Fig. 3 shows the 110 pole figure of the  $\gamma$ -TiAl phase present in the cast Ti–43Al–4Nb–1Mo–0.1B ingot. With a maximum pole density of 1.8 multiple random distribution, no statistically significant texture is prevailing after solidification via  $L \rightarrow L + \beta \rightarrow \beta$  and the subsequent phase transformations which occur during cooling to room temperature. In contrast, the inset in Fig. 3 displays the 110 pole figure of a Ti–48Al alloy after peritectic solidification [7]. Here, a pronounced preferential orientation of the  $\gamma$ -grains is evident. As the pole figure shows a preferential alignment of  $\langle 110 \rangle$  directions

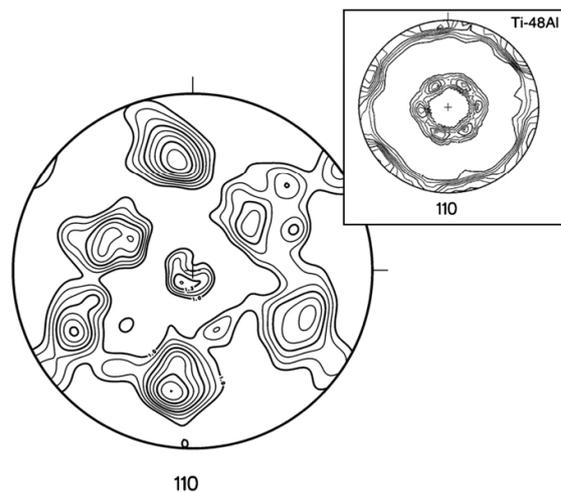


Fig. 3. Recalculated 110 – pole figure of the  $\gamma$ -TiAl phase in alloy Ti–43Al–4Nb–1Mo–0.1B after casting and solidification. A maximum pole density of 1.8 multiple random distribution (MRD) suggests no statistically significant texture. Inset: 110 – pole figure of an arc-melted Ti–48Al button (2.64 MRD). A well-developed casting texture is present (see text and Ref. [7]).

perpendicular to the symmetry axis occurred. This texture corresponds to that usually observed for cast  $\gamma$ -TiAl alloys [29,30] and can be explained by a [0001] dendrite orientation of the hexagonal  $\alpha$ -phase with respect to the heat flow direction. In conclusion, the microstructural observation of equiaxed solidification of the  $\beta$ -stabilized Ti–43Al–4Nb–1Mo–0.1B alloy agrees with the results of texture analysis. The absence of a casting texture is beneficial as far as subsequent hot-forming operations are concerned.

Fig. 4 shows four azimuthally averaged HE-XRD patterns (Debye–Scherrer rings) of the alloy Ti–43Al–4Nb–1Mo–0.1B for 21 °C (Fig. 4a), 1179 °C (Fig. 4b), 1259 °C (Fig. 4c), and 1320 °C (Fig. 4d). In the initial state (Fig. 4a) the diffraction pattern solely contains peaks from the phases  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al,  $\gamma$ -TiAl and  $\beta/\beta_2$ -Ti. The diffraction peaks of  $\alpha_2$ -002 and  $\gamma$ -111 are completely overlapping and appear as one single peak at  $q = 27.20 \text{ nm}^{-1}$ . The diffraction peaks of  $\gamma$ -002 and  $\gamma$ -200 at  $q = 31.15 \text{ nm}^{-1}$  and  $q = 31.55 \text{ nm}^{-1}$ , respectively, are clearly separated due to slight differences in the lattice spacing along the  $a$  and  $c$  axes of the tetragonal  $\gamma$ -TiAl crystal

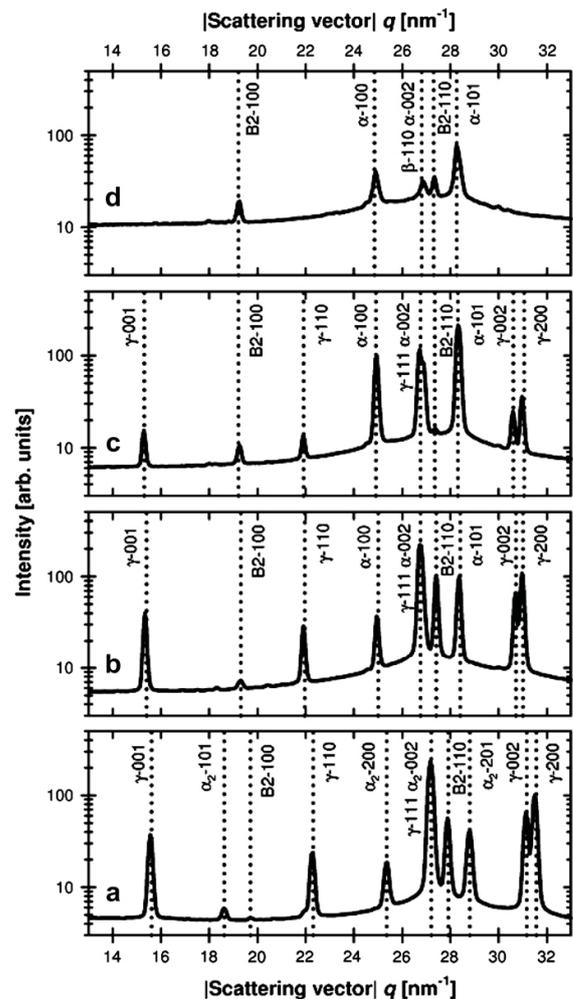


Fig. 4. A series of HE-XRD patterns (azimuthally averaged scattering intensity versus [scattering vector]  $q$ ) during continuous heating of the alloy Ti–43Al–4Nb–1Mo–0.1B at (a) 21 °C, (b) 1179 °C, (c) 1259 °C and (d) 1320 °C. The diffraction peaks are indexed according to the present phases: (a)  $\gamma$ ,  $\alpha_2$  and B2, (b)  $\gamma$ ,  $\alpha$  and B2, (c)  $\gamma$ ,  $\alpha$  and B2, (d)  $\alpha$  and  $\beta/\beta_2$ .

unit cell (L1<sub>0</sub> structure). With increasing temperature, the diffraction peaks are shifted towards lower  $q$  values because of thermal expansion of the crystal lattice. The transformation  $\alpha_2 \rightarrow \alpha$  takes place at the eutectoid temperature, which is indicated by the appearance of the disordered  $\alpha$ -Ti phase. The order–disorder transition is accompanied by a reduction of the size of crystal unit cell with the reciprocal lattice correlation  $\alpha_2\text{-}200 \equiv \alpha\text{-}100$  at  $q \approx 25.2 \text{ nm}^{-1}$  and  $\alpha_2\text{-}002 \equiv \alpha\text{-}002$  at  $q \approx 27.0 \text{ nm}^{-1}$ . Therefore, the superstructure diffraction peak  $\alpha_2\text{-}101$  at  $q = 18.6 \text{ nm}^{-1}$  disappears. The eutectoid temperature was determined to be about 1165 °C, which matches well with the result obtained from differential scanning calorimetry (DSC) measurements [16,17], but is about 50 °C above that predicted by the phase fraction calculations (Fig. 1). Fig. 4b illustrates the diffraction pattern in the phase field  $\alpha + \beta/\text{B2} + \gamma$  at 1179 °C above the eutectoid temperature.

The thermodynamic equilibrium calculations shown in Fig. 1 indicate a minimum of the  $\beta/\text{B2}$ -phase fraction at about 1260 °C, which is confirmed by the diffraction pattern at 1259 °C (Fig. 4c), where the intensities of the B2-100 and B2-110 diffraction peaks at  $q = 19.20 \text{ nm}^{-1}$  and  $q = 27.35 \text{ nm}^{-1}$ , respectively, show a minimum. As visible in Fig. 4d, the diffraction pattern significantly changes at temperatures above  $\alpha$ -transus, where the phase  $\gamma\text{-TiAl}$  disappears and the alloy only contains  $\beta/\text{B2}$ -phase and  $\alpha$ -phase. Fig. 4d shows the presence of  $\alpha$ ,  $\beta$  and B2 phases above the  $\alpha$ -transus temperature, which indicates that disordered  $\beta$  and ordered B2 coexist up to high temperatures, presumably forming a domain structure. This finding is in agreement with thermodynamic calculations (Fig. 1), where the presence of B2 is predicted up to about 1410 °C. However, the  $\beta/\text{B2}$  coexistence is in partial contradiction with the demand of a disordered bcc high-temperature phase (see Section 1). Nevertheless, one can speculate about the difference in the deformation behaviour of  $\beta$  and B2 at such high temperatures. This question, however, will be the topic of further studies. The HE-XRD measurements provide no evidence for passing through a single  $\alpha$ -phase field, which is in agreement with the thermodynamic equilibrium calculation (Fig. 1). However, previous studies have shown that the thermodynamic databank used was found to poorly describe the transition temperatures and phase proportions in high-alloyed  $\gamma\text{-TiAl}$  based alloys [15,16,22]. In addition, the heating rate of  $2 \text{ K min}^{-1}$  might be too fast for reaching the thermodynamic equilibrium if the single  $\alpha$ -phase field is rather small and/or the  $\beta/\text{B2}$ -phase shows a slow dissolution kinetic. In the temperature range above  $\alpha$ -transus, the two-dimensional diffraction patterns (area detector images) indicate an evolution from sharp and well defined Debye–Scherrer rings to more or less regular diffraction spots relating to local reciprocal lattice maps from a few single crystallites (see Ref. [31]). This effect is due to significant grain growth above the  $\alpha$ -transus temperature and the remaining low number of illuminated crystallites. Table 1 summarizes the transformation temperatures of the alloy Ti–43Al–4Nb–1Mo–0.1B determined by in situ HE-XRD.

**Table 1**  
Transformation temperatures and corresponding phase fields of alloy Ti–43Al–4Nb–1Mo–0.1B as determined by in situ high-energy X-ray diffraction

Phase field	$\alpha$ , $\beta/\text{B2}$
$\alpha$ -transus temperature	$1285 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ <sup>a</sup>
Phase field	$\alpha$ , B2, $\gamma$
Eutectoid temperature	$1165 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$
Phase field	$\alpha_2$ , B2, $\gamma$

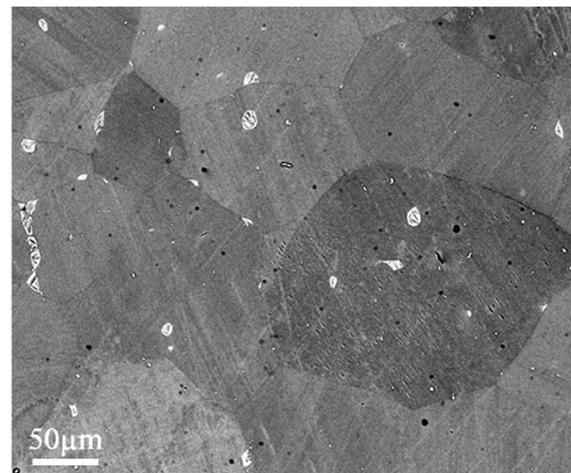
The determined temperatures fit well to the results obtained from DSC measurements and the evaluation of static heat treatments [17,32].

<sup>a</sup> The discrepancy between the  $\alpha$ -transus temperature determined by HE-XRD and DSC measurements is most likely due to the finite heating rate of the in situ XRD experiment. This divergence is not observed at the eutectoid temperature, because the ordering reaction from  $\alpha_2$  to  $\alpha$  is rather fast compared to the  $\alpha$ -transus reaction.

In order to check the appearance of the minimum of the  $\beta/\text{B2}$ -phase as predicted by phase calculations (Fig. 1), an annealing treatment has been conducted. Fig. 5 shows the microstructure of a sample with an actual Al content of 43.8 at% which was annealed at 1270 °C for 3 h followed by air cooling. The microstructure of the starting material is depicted in Fig. 2b. From Fig. 5 it is evident that during annealing the  $\alpha$ -grains have grown and the  $\beta/\text{B2}$ -phase almost disappeared. However, a small volume fraction of  $\beta/\text{B2}$ -phase was still present (along with the borides) preventing catastrophic grain growth. Many of the  $\beta$ -particles are situated along former  $\alpha$ -grain boundaries and triple points contributing to the so-called “Zener-drag” mechanism [33]. Again, the question if the predicted minimum of the  $\beta/\text{B2}$ -phase is real or if a small single  $\alpha$ -phase field still exists cannot be answered unambiguously. Although a holding time of 3 h was used in this experiment the existence of a single  $\alpha$ -phase field can be masked if the (metastable)  $\beta/\text{B2}$ -phase exhibits a rather slow dissolution behaviour. In order to answer this question further experiments are in progress and the results will be reported in a forthcoming paper.

Fig. 6 depicts schematically the dependence of the flow stress on temperature and strain rate. The flow stress shows a distinct strain rate dependency, which is a specific behaviour of  $\gamma\text{-TiAl}$  based alloys [34]. Of particular interest, however, is the pronounced flow stress peak. The temperature of the peak maximum corresponds with that temperature where CALPHAD predicts the minimum fraction of  $\beta/\text{B2}$ -phase (Fig. 1). For a deformation temperature below the peak maximum the flow stress decreases as it decreases for temperatures above the flow stress maximum. The behaviour of the flow stress correlates directly with the volume fractions of the  $\beta/\text{B2}$ -phase at the respective temperatures. Therefore, it is tempting to speculate that the  $\beta/\text{B2}$ -phase with bcc lattice provides a sufficient number of independent slip systems. Thus, it improves the deformability at elevated temperature, where, for example, processes such as rolling and forging are carried out.

The hot-workability of alloy Ti–43Al–4Nb–1Mo–0.1B was evaluated by performing various forging experiments using a parameter matrix of different billet dimensions, billet temperatures, die temperatures, and die speeds. In Fig. 7a, a representative result of



**Fig. 5.** Microstructure of a Ti–43Al–4Nb–1Mo–0.1B sample after annealing within the single  $\alpha$ -phase region at 1270 °C for 3 h. The starting microstructure is shown in Fig. 2b. During annealing the  $\alpha$ -grains have grown to an average diameter of about 200  $\mu\text{m}$ . The remaining  $\beta$ -phase (bright contrast) is partly situated along former  $\alpha$ -grain boundaries and triple points. During subsequent air cooling the  $\alpha$ -grains transformed to lamellar ( $\alpha_2 + \gamma$ )-colonies. SEM image taken in BSE mode.

832

H. Clemens et al. / Intermetallics 16 (2008) 827–833

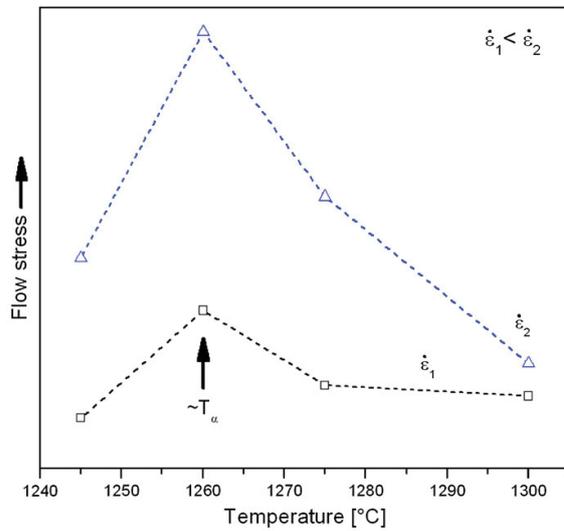


Fig. 6. Dependence of the flow stress of hot-extruded alloy Ti-43.8Al-4Nb-1Mo-0.1B on temperature and strain rate (here 0.05 and  $0.5 \text{ s}^{-1}$ ). Because of confidentiality reasons the numerical values of the flow stresses have been omitted. The temperature ( $\sim T_\alpha$ ) where the maximum of the flow stress occurs corresponds with that temperature where CHAPHAD predicts the minimum fraction of  $\beta$ -phase (Fig. 1).

a forging experiment is shown. The pancake was forged to an overall strain of 1.3. The microstructure after forging is displayed in Fig. 7b. At room temperature the microstructure consists of lamellar ( $\alpha_2 + \gamma$ )-colonies with  $\beta$ -phase situated on colony boundaries and triple points. Analysing all forging experiments, it was found that the forging window of alloy Ti-43Al-4Nb-1Mo-0.1B is significantly extended when compared to other high Nb bearing  $\gamma$ -TiAl based alloys [18]. The observed widening can mainly be attributed to the presence of the bcc  $\beta$ -phase at forging temperature and its influence on the deformation behaviour (Fig. 6). Finally, Fig. 7c shows a blade pre-form made of alloy Ti-43Al-4Nb-1Mo-0.1B. More information on the blade forging process is reported in Ref. [18].

#### 4. Summary

Thermodynamic calculations based on the CALPHAD method were used to design a  $\beta$ -solidifying TiAl based alloy which exhibits an adjustable volume fraction of  $\beta$ -phase. In the as-cast state the selected alloy Ti-43Al-4Nb-1Mo-0.1B shows a microstructure consisting of equiaxed lamellar ( $\gamma + \alpha_2$ )-colonies with a colony diameter of about  $100 \mu\text{m}$ . The  $\beta/\text{B2}$ -phase is mainly located along colony boundaries. Texture analysis using neutron diffraction has shown no occurrence of a casting texture. A subsequent hot extrusion process leads to a pronounced refinement of the microstructure. At temperatures where hot-deformation processes, such as forging and rolling are conducted, the amount of  $\beta/\text{B2}$ -phase is considerably high in order to facilitate plastic deformation. However, the fraction of the  $\beta/\text{B2}$ -phase exhibits a minimum around the  $\alpha$ -transus temperature which is reflected in a maximum of the flow stress. At service temperature ( $T < 800 \text{ }^\circ\text{C}$ ), however, the volume fraction of the  $\beta/\text{B2}$ -phase is designed to be small in order not to deteriorate mechanical properties, e.g. creep strength. The evolution of the  $\beta/\text{B2}$ -phase with temperature was investigated in situ by means of high-energy XRD as well as conventional ex situ characterization methods. In principle, the results obtained experimentally confirm the temperature dependence of the  $\beta/\text{B2}$ -phase as

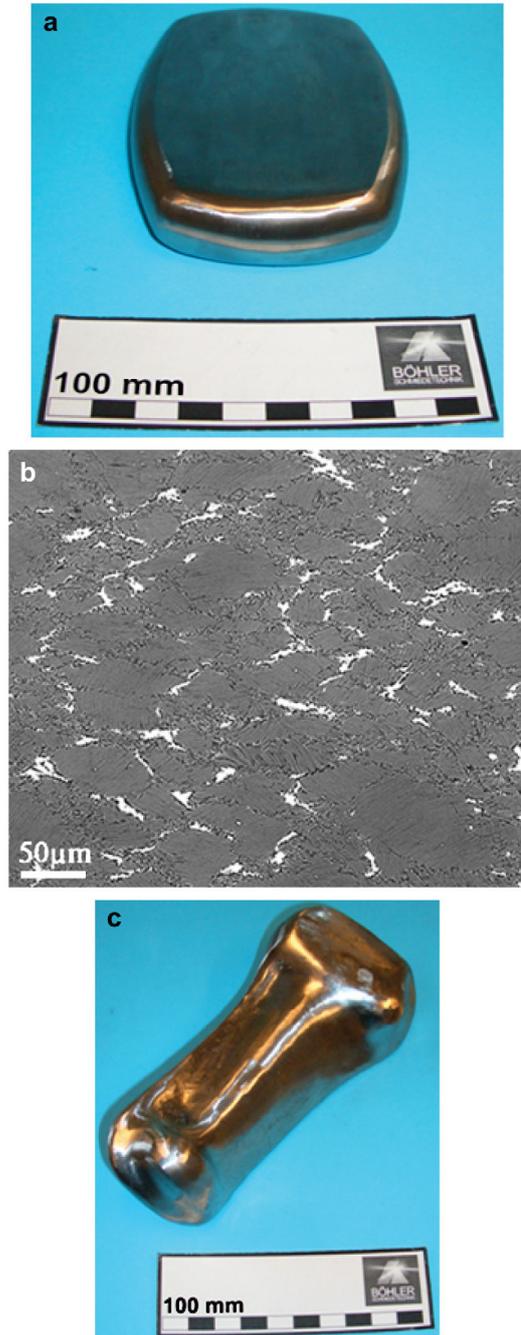


Fig. 7. (a) Pancake of Ti-43Al-4Nb-1Mo-0.1B. The billet was forged to an overall strain of 1.3. (b) Microstructure of the forged pancake. The microstructure consists of lamellar ( $\alpha_2 + \gamma$ )-colonies with  $\beta$ -phase (bright contrast) situated on colony boundaries and triple points. SEM image taken in BSE mode. (c) Ground blade pre-form manufactured by upsetting both sides of a cylindrical bar and subsequent side pressing to the final shape.

predicted by thermodynamic calculations, although the question concerning the existence of a single  $\alpha$ -phase field could not be answered. Due to a high volume fraction of  $\beta$ / $\beta$ 2-phase at elevated temperatures the alloy can be forged under near conventional conditions. Alloy Ti–43Al–4Nb–1Mo–0.1B shows a large forging window with regard to billet temperature, die temperature, and die speed, providing the basis for a robust industrial forging process.

#### Acknowledgement

The authors thank Prof. Brokmeier, GKSS Research Centre, Geesthacht, Germany, for texture measurements and LaReine A. Yeoh, ANSTO, Australia, for participation in the synchrotron experiments. A part of this study has been supported by the Styrian Materials Cluster, Austria. In addition, the authors are grateful for the beam-time and overall support delivered at ESRF, Grenoble, France. We also acknowledge financial support from the Access to Major Research Facilities Program which is a component of the International Science Linkages Program from the Australian Government. In particular, H.C. thanks Arno Bartels for many stimulating discussions and real friendship over the last 17 years.

#### References

- [1] Kim Y-W, Clemens H, Rosenberger AH. In: *Gamma titanium aluminides 2003*. Warrendale, USA: TMS; 2003.
- [2] Appel F, Oehring M. In: Leyens C, Peters M, editors. *Titanium and titanium alloys*. Weinheim, Germany: WILEY-VCH; 2003. p. 89.
- [3] Kestler H, Clemens H. In: Leyens C, Peters M, editors. *Titanium and titanium alloys*. Weinheim, Germany: WILEY-VCH; 2003. p. 351.
- [4] Appel F, Oehring M, Wagner R. *Intermetallics* 2000;8:1283.
- [5] Appel F, Brossmann U, Christoph U, Eggert S, Janschek P, Lorenz U, et al. *Adv Eng Mater* 2000;11:699.
- [6] Leyens C. In: Leyens C, Peters M, editors. *Titanium and titanium alloys*. Weinheim, Germany: WILEY-VCH; 2003. p. 187.
- [7] Küstner V, Oehring M, Chatterjee A, Güther V, Brokmeier H-G, Clemens H. In: Kim Y-W, Clemens H, Rosenberger AH, editors. *Gamma titanium aluminides 2003*. Warrendale, USA: TMS; 2003. p. 89.
- [8] Küstner V. Ph.D. thesis. Kiel, Germany: Christian-Albrechts-Universität zu Kiel; 2003.
- [9] Imayev RM, Imayev VM, Oehring M, Appel F. *Intermetallics* 2007;15:451.
- [10] Tetsui T, Shindo K, Kobayashi S, Takeyama M. *Scr Mater* 2002;47:399.
- [11] Tetsui T, Shindo K, Kobayashi S, Takeyama M. *Intermetallics* 2003;11:299.
- [12] Tetsui T, Shindo K, Kaji S, Kobayashi S, Takeyama M. *Intermetallics* 2005;13:971.
- [13] Appel F, Oehring M, Paul JDH. *Adv Eng Mater* 2006;8:371.
- [14] Cheng TT, Loretto MH. *Acta Mater* 1998;46:4801.
- [15] Chladil HF, Clemens H, Zickler GA, Takeyama M, Kozeschnik E, Bartels A, et al. *Int J Mater Res (formerly Z Metallkd)* 2007;98:1131.
- [16] Chladil HF. Ph.D. thesis. Leoben, Austria: Montanuniversität; 2007.
- [17] Chladil HF, Clemens H, Otto A, Güther V, Kremmer S, Bartels A, et al. *BHM* 2006;151:356.
- [18] Kremmer S, Chladil HF, Clemens H, Otto A, Güther V. In: Niinomi M, Akiyama S, Hagiwari M, Ikeda M, Maruyama K, editors. *Ti-2007 science and technology*. Tokyo, Japan: The Japan Institute of Technology; 2008. p. 989.
- [19] Takeyama M, Kobayashi S. *Intermetallics* 2005;13:993.
- [20] Appel F, Paul JDH, Oehring M, Fröbl U, Lorenz U. *Metall Mater Trans A* 2003;34:2149.
- [21] Saunders N. In: Kim Y-W, Dimiduk DM, Loretto MH, editors. *Gamma titanium aluminides 1999*. Warrendale, USA: TMS; 1999. p. 183.
- [22] Chladil H, Clemens H, Leitner H, Bartels A, Gerling R, Schimansky FP, et al. *Intermetallics* 2006;14:1194.
- [23] Kainuma R, Fujita Y, Mitsui H, Ohnuma I, Ishida K. *Intermetallics* 2000;8:855.
- [24] Zhang Z, Leonard KJ, Dimiduk DM, Vasudevan VK. In: Hemker KJ, Dimiduk DM, Clemens H, Darolia R, Inui H, Larsen JM, editors. *Structural intermetallics 2001*. Warrendale, USA: TMS; 2001. p. 515.
- [25] Kim Y-W, Dimiduk DM. In: Hemker KJ, Dimiduk DM, Clemens H, Darolia R, Inui H, Larsen JM, editors. *Structural intermetallics 2001*. Warrendale, USA: TMS; 2001. p. 625.
- [26] Güther V, Chatterjee A, Kettner H. In: Kim Y-W, Clemens H, Rosenberger AH, editors. *Gamma titanium aluminides 2003*. Warrendale, USA: TMS; 2003. p. 241.
- [27] Dahms M, Bunge HJ. *J Appl Crystallogr* 1989;22:439.
- [28] Hammersley AP, Svensson SO, Hanfland M, Fitch AN, Häusermann D. *High Press Res* 1996;14:235.
- [29] Yamaguchi M, Inui H, Ito K. *Acta Mater* 2000;48:307.
- [30] Bartels A, Kestler H, Clemens H. *Mater Sci Eng A* 2002;329–331:152.
- [31] Liss KD, Bartels A, Clemens H, Bystrzanowski S, Stark A, Buslaps T, et al. *Acta Mater* 2006;54:3721.
- [32] Walgram W. Diploma thesis. Leoben, Austria: Montanuniversität 2008.
- [33] Porter DA, Easterling KE. *Transformations in metals and alloys*. Cheltenham, UK: Nelson Thornes Ltd.; 2001. p. 139.
- [34] Appel F, Kestler H, Clemens H. *Intermetallic compounds – principles and practice*. In: Westbrook JH, Fleischer RL, editors. *Progress*, vol. 3. Chichester, UK: John Wiley Publishers; 2002. p. 617.

## 7.3. Veröffentlichung 3

ADVANCED  
ENGINEERING  
MATERIALS

COMMUNICATIONS

DOI: 10.1002/adem.200800164

**Design of Novel  $\beta$ -Solidifying TiAl Alloys with Adjustable  $\beta$ /B2-Phase Fraction and Excellent Hot-Workability\*\***

By Helmut Clemens,\* Wilfried Wallgram, Sascha Kremmer, Volker Güther, Andreas Otto and Arno Bartels

The research and development of  $\gamma$ -TiAl based alloys for aero-engine and automotive components have been the target of several R & D projects since more than 20 years.<sup>[1–3]</sup> Titanium aluminides are considered for future advanced aero-engines due to their potential of significant component weight savings. Although, remarkable progress has been made, today, titanium aluminides have not been applied for aero-engine parts. Both fundamental materials research and design as well as production technologies have achieved an advanced state of maturity. But overall, the limited tensile ductility, poor crack propagation resistance and detrimental effects of defects, damage and long term cycling loads as well as exposure to hot oxidizing atmospheres on the fatigue life are the mayor concerns in the area of aero-engine components reliability and lifetime issues. There are further needs of understanding the source and effect of the different relevant damages and defects on the life-prediction for a particular titanium aluminide alloy and aero engine component. The

attempts of scaling up the production of ingot materials, castings and forgings, have not yet met the required targets of reproducibility and affordability. Large-scale production of titanium aluminides ingots and parts requires further alloy and process development to become a reliable technology. Current titanium and nickel alloys exhibit balanced properties and achieve all requirements of the current design practices.

Intermetallic  $\gamma$ -TiAl based alloys are certainly among the most promising candidates to fulfill the required thermal and mechanical specifications. Especially, TiAl alloys with high Nb-contents showing a baseline composition of Ti-(42–45)Al-(5–10)Nb-(0–0.5)B (all compositions are stated in at%), termed TNB alloys, have attracted much attention because of their high creep strength, good ductility at room temperature, good fatigue properties, and excellent oxidation resistance.<sup>[1–7]</sup> Nb reduces the stacking fault energy in  $\gamma$ -TiAl, retards diffusion processes and modifies the structure of the oxidation layer.<sup>[4,6,8]</sup> Cast alloys based on Ti-(42–45)Al, which solidify via the body-centered cubic  $\beta$ -phase, exhibit an isotropic, equiaxed and texture-free microstructure with modest micro-segregation, whereas peritectic alloys (solidification via the hexagonal  $\alpha$ -phase) show anisotropic microstructures as well as significant texture and segregation.<sup>[9]</sup> Alloy design concepts for  $\gamma$ -TiAl based alloys showing refined cast microstructures were recently reported by Imayev et al.<sup>[10]</sup> An alloy design strategy to improve the hot-workability of TiAl alloys is to exploit a combination of thermo-mechanical processing and additional alloying elements to induce the disordered  $\beta$ -phase at elevated temperatures as ductile phase.<sup>[11–17]</sup> The disordered  $\beta$ -phase with bcc lattice provides a sufficient number of independent slip systems. Thus, it may improve the deformability at elevated temperature, where, for example, processes such as rolling and forging are carried out. A number of authors<sup>[11,14–18]</sup> have demonstrated that, by stabilizing the  $\beta$ -phase through alloying with Nb, Ta, Mo or other elements, an improvement in hot-workability can be achieved and novel types of microstructures can be adjusted by exploiting a multitude of solid-state transformations. However, it is known that the  $\beta$ -phase or its ordered Counterpart B2 can decompose into several product phases, for example into  $\omega$ ,  $\omega'$  and  $\omega''$ , which possess lower crystal symmetry and are extremely brittle.<sup>[14,19–21]</sup> In order to avoid the appearance of such harmful phases in TiAl alloys the decomposition process and its dependence on Al content and ternary alloying ele-

[\*] Prof. H. Clemens, W. Wallgram  
Department of Physical Metallurgy and Materials Testing  
Montanuniversität Leoben  
Franz-Josef-Str. 18, A-8700 Leoben, Austria  
E-mail: helmut.clemens@unileoben.ac.at

Dr. S. Kremmer  
Böhler Schmiedetechnik GmbH&CoKG  
Mariazeller Str. 25, A-8605 Kapfenberg, Austria  
Dr. V. Güther, Dr. A. Otto  
GfE Metalle und Materialien GmbH  
Höfener Str. 45, D-90431 Nürnberg, Germany  
Dr. A. Bartels  
Institute of Materials Science and Technology  
Hamburg University of Technology  
Eissendorfer Str. 42, D-21073 Hamburg, Germany

[\*\*] The authors thank Dr. Wilfried Smarsly, MTU Aero Engines, Munich, Germany, and Dr. Harald F. Chladil, now at Andritz AG, Graz, Austria, for many stimulating discussions. A part of this study has been supported by the Material Cluster Styria, Austria, and the German Science Foundation, DFG (project BA 1147/1-1).

ments, such as Nb, must be known. Up to now there is no well established wrought processing route which guarantees an economic and continuous supply of aerospace and stationary turbine components made of  $\gamma$ -TiAl based alloys.<sup>[2,3,17,22–24]</sup> This is due to the fact that almost all TiAl alloys show complex deformation behaviour and, as a consequence, a small “processing and deformation window”, particularly the high Nb bearing alloys which are considered as candidates for components in the application areas named above. In this study, a  $\beta$ -stabilized  $\gamma$ -TiAl based alloy with improved processing performance was designed. In order to establish a sound basis for the alloy design strategy a number of pre-studies were conducted. The most important investigations are listed in the following: (1) Study of the influence of Nb, Mo and C additions on microstructure and phase transition temperatures of Ti-(43–46)Al based alloys;<sup>[16,25–28]</sup> (2) preparation of a phase diagram for Ti-45Al-xNb alloys possessing Nb contents up to 15 at%;<sup>[26]</sup> (3) impact of cooling rate on the lamellae spacing in lamellar ( $\gamma + \alpha_2$ )-colonies;<sup>[29]</sup> (4) determination of the conditions for massive  $a \rightarrow \gamma_M$  transformation in high Nb bearing alloys. These studies ranged from high-energy XRD investigations to ab-initio calculations;<sup>[27,30–33]</sup> (5) influence of Nb content on the formation of undesired phases, e.g.  $\omega$ -phase;<sup>[26,34]</sup> (6) production of large TiAl ingots with high concentrations of Nb and Mo by vacuum arc remelting;<sup>[35]</sup> (7) refining of the as-cast microstructure by subsequent heat-treatments,<sup>[16,36]</sup> and (8) adaptation of a conventional hydraulic press for “near conventional” forging of  $\gamma$ -TiAl based alloys on an industrial scale.<sup>[17,28]</sup>

#### Alloy Design Strategy

In order to increase the economic feasibility of wrought processing for  $\gamma$ -TiAl components alloys are needed which can be processed “near conventionally”, e.g. a conventional forging equipment with minor and inexpensive modifications can be used. Here, the major challenge is forging of small parts, e.g. turbine blade pre-forms, which, in comparison to large ingots, possess only a small amount of stored heat energy. However, a fine-grained casting microstructure is favourable to both ingot breakdown and secondary forming operations. The alloys should be designed to allow robust industrial heat-treatments, i.e. the alloy must tolerate a specified, and technologically realistic, variation of the constituting elements, without pronounced changes of phase transition temperatures and phase volume fractions and related variations in mechanical properties. In this context, the Al-content is of particular importance. The desired microstructures should be achieved by simple heat-treatments which can be conducted at an industrial scale and which are almost independent from the geometrical dimension of the final part. Furthermore, the microstructure must show a resistance against microstructural changes during long-term exposure to service temperatures in the range of 600 to 750 °C. In addition, the machinability of the material by a wide variety of techniques (turning, mechanical and chemical milling, etc.)

must be guaranteed. Finally, the alloy should show balanced mechanical properties (strength and ductility, fracture toughness, creep resistance) and acceptable oxidation resistance.

From the mentioned requirements, which represent the most important only, the following demands on the alloy are deduced: (a) after casting and solidification the alloy should possess a refined equiaxed microstructure showing no significant casting texture. (b) The composition of the alloy must be defined to ensure a solidification path according to  $L \rightarrow L + \beta \rightarrow \beta \rightarrow \dots$ , instead of a peritectic solidification pathway,  $L \rightarrow L + \beta \rightarrow a \rightarrow \dots$ , which is prone to segregation. (c) During ingot breakdown as well as secondary hot-forming operations a significant volume fraction of disordered bcc  $\beta$ -phase should be present which improves the deformability at elevated temperature and suppresses grain growth. At service temperature, however, the volume fraction of the  $\beta$ -phase, which then shows an ordered B2 structure, should be insignificant in order not to deteriorate creep properties.<sup>[3,37]</sup> (d) In order to avoid uncontrollable grain coarsening effects during adjustment of the microstructure the existence of a single phase region at elevated temperatures should be avoided, i.e. transitions such as  $a + \gamma \rightarrow a$  must be suppressed. Another possibility is to keep the  $a$ -phase region very small. In this case the single  $a$ -field can be passed without significant grain coarsening as long as the dissolution kinetics of the  $\beta$ -phase is decelerated by the presence of alloying elements which show a low diffusibility, e.g. Mo and Nb. In addition, the slope of the  $a$ -transus line should be small. A small dependence of  $T_a$  on the Al concentration renders deviations in the Al content as well as variations in heat-treatment temperatures uncritically. For example, a high Nb bearing TiAl alloy with the baseline composition of Ti-45Al-5 Nb shows a steep slope of the  $a$ -transus line. For this alloy a variation in Al content in the range of  $\pm 0.5$  at% can be converted into a shift of the  $a$ -transus temperature ( $T_a$ ) of about 30 °C (from the highest to the lowest Al content). The negative effect of such a shift in  $T_a$  on the forging behaviour of Ti-45Al-5 Nb is reported in reference.<sup>[17]</sup> Obviously, such alloys require stringent control of composition and processing parameters. (e): The alloys should provide a well balanced phase ratio of  $\gamma$ -TiAl and  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al (and  $\beta$ /B2) which can be converted in designed microstructures (duplex, nearly or fully lamellar) by means of simple and reproducible heat-treatments. (f): The appearance of harmful and brittle phases, which might be decomposition products of the ordered B2-phase, is not allowed and must be suppressed even for long duration at service temperature.

#### Alloy Selection and Experimental Verification

To select an alloy which fulfils the demands as defined in the previous section, thermodynamic calculations based on the CALPHAD method were conducted for the prediction of the constituent phases and the related transition temperatures. Two different software packages – ThermoCalc<sup>®</sup> and MatCalc – were applied using the same commercial TiAl database.<sup>[38]</sup> In recent publications, however, the thermody-

Clemens et al./Design of Novel  $\beta$ -Solidifying TiAl Alloys with Adjustable  $\beta$ /B2-Phase Fraction

dynamic database used was found to poorly describe the transition temperatures and phase proportions in high Nb bearing  $\gamma$ -TiAl based alloys as reported in the literature.<sup>[25,26]</sup> Therefore, it should be pointed out that the following calculations were conducted to study alloying trends rather than to give absolute values on phase fractions and transition temperatures. Exemplarily, Figure 1 shows the calculated phase fractions as a function of temperature for three different  $\beta$ -stabilized  $\gamma$ -TiAl based alloys. The three alloys have a constant Al concentration (43 at%), but differ in their content of  $\beta$ -stabilizing alloying elements (Nb, Mo). Because Nb and Mo represent the decisive alloying elements, this TiAl alloy family has been named "TNM alloys" in order to distinguish them from the well known TNB alloys, which rely on a high Nb concentration. Before Figure 1 will be discussed in detail the role and the main effects of the selected alloying elements are addressed: Nb decreases the stacking fault energy in  $\beta$ -TiAl, slows down diffusion processes in both  $\gamma$  and  $\alpha_2$  and improves the oxidation behavior.<sup>[4,6,8]</sup> Like Nb, Mo is a  $\beta$ -stabilizing element in the Ti-Al system and raises the activation energy of diffusion in both  $\gamma$  and  $\alpha_2$ , but exhibits a much higher partition coefficient  $k_{\beta\alpha}$  than Nb.<sup>[39]</sup> It must be taken into account that phases when stabilized by such slow-diffusing elements are expected to exhibit sluggish dissolution behaviour. A boron content of 0.1 at% was selected to ensure a grain refining effect during solidification.<sup>[40,41]</sup> Boron, which tends to form very stable borides, is also beneficial in case of heat-treatments conducted at high temperatures. Here, the borides retard grain coarsening by pinning of the grain boundaries. In addition, the borides favor the formation of the lamellar microstructure ( $\alpha \rightarrow \alpha + \gamma$ ) over the massive transformation ( $\alpha \rightarrow \gamma_M$ ) by heterogeneous nucleation of  $\gamma$ -lamellae.<sup>[40,41]</sup> Figures 1(a) to 1(c) demonstrate that all cho-

sen alloys solidify entirely via the  $\beta$ -phase. Figure 1 predicts an ordering reaction  $\beta \rightarrow B2$  at about 1410 °C to 1420 °C, depending on alloy composition. In a recent in-situ diffraction study using of high-energy synchrotron radiation the existence of the ordered B2-phase even above  $T_a$  was demonstrated for alloy Ti-43Al-4 Nb-1 Mo-0.1 B.<sup>[27]</sup> Note: in the following B2 is referred to as  $\beta$  unless stated otherwise. From comparison of the three different compositions it is obvious that Mo is a stronger  $\beta$ -stabilizer than Nb, which agrees with the results of other studies.<sup>[3,10,42]</sup> Furthermore, for all three alloys the thermodynamic calculation shows a minimum of the  $\beta$ -phase mole fraction at around 1275 °C. Above this temperature the fraction of  $\beta$ -phase strongly increases with temperature (see "1" in Fig. 1). However, at the temperature where the minimum of  $\beta$ -phase appears, Ti-43Al-4Nb-1 Mo-0.1 B shows the smallest fraction of  $\beta$ -phase and only this alloy variant shows a pronounced "C-shaped" course of the  $\beta$ -phase (see "2" in Fig. 1(a)). Increasing the amount of Nb or Mo by 1 at% or 0.5 at%, respectively, the mole fraction of the  $\beta$ -phase in its minimum at 1275 °C is considerably increased (see "3" in Fig. 1(b) and (c)). Below the temperature of the minimum the mole fraction of the  $\beta$ -phase slightly increases (Fig. 1(a)) or shows an approximately unchanging value (Fig. 1(b) and (c)). Below the eutectoid temperature ( $\sim 1115$  °C) the  $\beta$ /B2 phase fraction decreases with decreasing temperature and seems to vanish at about 600 °C in case of alloys Ti-43Al-4 Nb-1 Mo-0.1 B and Ti-43Al-5 Nb-1 Mo-0.1 B, see "4" in Figures 1(a) and (b), respectively. It should be noted that all three alloys exhibit an adjustable volume fraction of the  $\beta$ -phase in the temperature range where hot-working of  $\gamma$ -TiAl based alloys is usually performed. However, only alloy Ti-43Al-4 Nb-1 Mo-0.1 B shows the potential that the appearing  $\beta$ -phase can almost be removed by a subsequent heat-treatment. To this end, the annealing temperature must correspond to that temperature where the minimum of the  $\beta$ -phase occurs, i.e. to temperature "2" in Figure 1(a). At such a high temperature the dissolution kinetic of the  $\beta$ -phase is rather fast, thus allowing short annealing times.<sup>[43]</sup> In principle, removal of the  $\beta$ -phase below the eutectoid temperature is possible, but would require long annealing times due to the sluggish dissolution behaviour of the Mo and Nb containing  $\beta$ -phase. From the phase predictions displayed in Figure 1 it is obvious that none of the three alloys exhibit a single phase region at temperatures below 1400 °C. From the "thermodynamic point of view" alloy Ti-43Al-4 Nb-1 Mo-0.1 B shows the best match with the demands defined in the last preceding paragraph. It must be kept in mind that Figure 1 predicts phase conditions present under thermodynamic equilibrium. However,  $\gamma$ -TiAl based alloys, when processed under technical relevant conditions, always show a more or less distinct deviation from phase equilibrium.

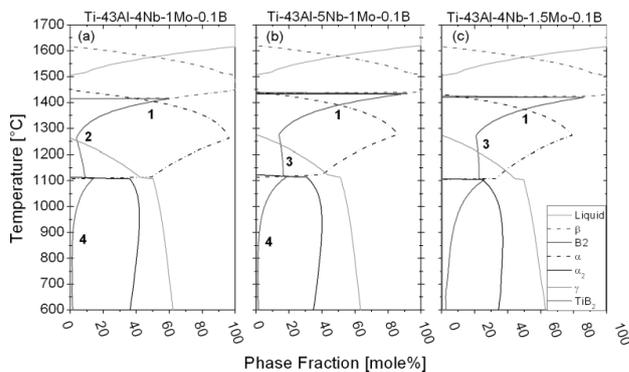


Fig. 1. Calculated phase fractions as a function of temperature for three different  $\beta$ -stabilized  $\gamma$ -TiAl based alloys including 450 mass-ppm oxygen (see text). Note the temperature dependence of the  $\beta$ /B2-phase. All three alloys show an adjustable  $\beta$ /B2-phase fraction above  $\sim 1275$  °C ("1"), but only alloy Ti-43Al-4 Nb-1 Mo-0.1 B exhibits a pronounced minimum ("2") of this phase above the eutectoid temperature (here at  $\sim 1115$  °C), whereas the other two alloys show almost unchanging values ("3"). Below the eutectoid temperature the  $\beta$ /B2 phase fraction decreases with decreasing temperature and seems to vanish at about 600 °C in case of alloys Ti-43Al-4 Nb-1 Mo-0.1 B and Ti-43Al-5 Nb-1 Mo-0.1 B ("4").

In order to verify the phase predictions shown in Figure 1, small ingots with 65 mm in diameter were prepared by GfE Metalle und Materialien GmbH, Nuremberg, Germany, by means of double vacuum arc melting using commercially pure charge materials and master alloys.<sup>[35]</sup> As reported in references<sup>[15,16,27,28]</sup> the as-cast microstructure consists of equiaxed lamellar ( $\gamma + \alpha_2$ )-colonies with a colony diameter in the range of 50 to 100  $\mu\text{m}$ . The  $\beta$ -phase is mainly located along colony boundaries and only a small volume fraction is present within the colonies. In addition, the existence of rod-like shaped Ti-borides, enriched in Nb and Mo, was detected. At room temperature the as-cast material exhibits a high amount of  $\beta$ -phase which is in contrast to the thermodynamic calculation (Fig. 1). This behaviour might be attributed to the high solidification and cooling rate.<sup>[27,28]</sup> This finding also implies that a considerable amount of  $\beta$  exists in a metastable state. Texture analysis using neutron diffraction has shown no occurrence of a casting texture.<sup>[27]</sup> Additionally, in a previous study it was shown that the as-cast microstructure can further be refined by subsequent heat-treatments. Annealing in the temperature range of 1250 to 1400 °C followed by air cooling leads to colony sizes well below 50  $\mu\text{m}$ .<sup>[16]</sup> Some of the ingots were protected with a diffusion barrier, canned in steel and hot-extruded below  $T_\alpha$ . During extrusion a further refinement of the ingot microstructure took place and the  $\beta$ -phase has been aligned in extrusion direction which also was observed for the borides.<sup>[28]</sup> Generally, after extrusion a stress-relieve heat-treatment is applied (950 °C/4 hrs/furnace cooling). All alloy variants shown in Figure 1 were subjected to various heat-treatments followed by extensive microstructural examinations. In the following, however, the focus is restricted to alloy Ti-43Al-4Nb-1Mo-0.1B. Nevertheless, a detailed summary of all results will be reported in a forthcoming paper.<sup>[43]</sup> For all heat-treatments fine-grained material in hot-extruded condition was used. Figures 2(a) and (b) show the microstructure of alloy Ti-43Al-4Nb-1Mo-0.1B after a 1 hr heat-treatment at 1240 °C and 1300 °C, respectively, followed by rapid air cooling in order to preserve the phases present at annealing temperature. Figure 2(a) displays the microstructure after annealing at 1240 °C for 1 hr. As predicted in Figure 1(a) the microstructure is build up of  $\beta$ -grains (indicated as "1", bright contrast), lamellar ( $\alpha_2 + \gamma$ ) colonies ("2", grey contrast) and  $\gamma$ -grains ("3", dark contrast). It should be noted that the lamellar colonies have formed during air cooling. Due to the high cooling rate the lamellar spacing is very fine and thus cannot be resolved in the SEM image. At annealing temperature, however, the lamellar colonies were  $\alpha$ -grains possessing a disordered hexagonal structure.<sup>[27]</sup> From Figure 2(a) it is evident that both  $\beta$  and  $\gamma$  are preferentially situated along former  $\alpha$ -grain boundaries and triple points. After annealing at 1300 °C (Fig. 2(b)) the volume fraction of  $\beta$ -phase is increased and no  $\gamma$ -grains can be detected. Also this finding is predicted by the thermodynamic calculation shown in Figure 1(a). From Figure 2(b) it can be seen that at 1300 °C the  $\alpha$ -grains are almost surrounded by

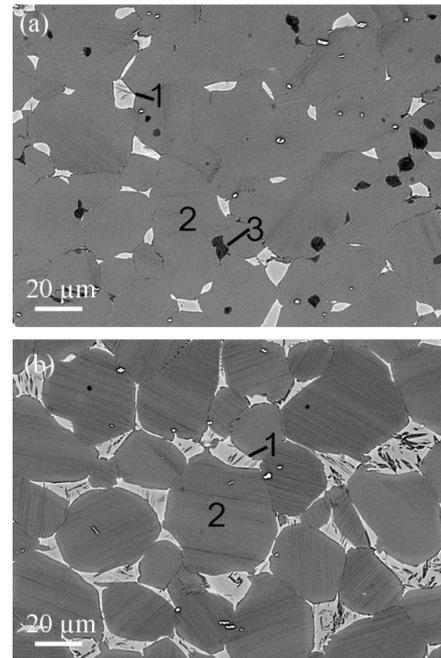


Fig. 2. Microstructure of alloy Ti-43Al-4Nb-1Mo-0.1B after annealing of 1 hr at (a) 1240 °C and (b) 1300 °C, followed by air cooling. The microstructural constituents are indicated by 1 ( $\beta$ -phase), 2 (lamellar  $\alpha_2 + \gamma$  colony, see text) and 3 ( $\gamma$ -phase). The SEM images were taken in back-scattered electron mode.

$\beta$ -phase. Although fast air cooling was applied subsequent to annealing, a  $\beta \rightarrow \gamma$  solid-state transformation occurred in the  $\beta$ -grains leading to the appearance of lens-shaped  $\gamma$ -plates.<sup>[28]</sup> The sizes of the lamellar colonies are almost identical for both heat-treatments, meaning that the present  $\beta$ -phase effectively suppress grain growth effects. However, significant grain growth was observed when the heat-treatment is conducted at the temperature where the minimum of the  $\beta$ -phase occurs.<sup>[27,28]</sup> Figure 3(a) shows the experimentally determined dependence of the  $\beta$ -phase as a function of temperature. The investigated alloy had an actual Al content of 43.9 at%, whereas the amount of Nb, Mo and B corresponds to the nominal one. Prior to metallographic examination the specimens were annealed for 1 hr at the indicated temperatures. For quantitative determination of the  $\beta$ -phase volume fraction SEM images as shown in Figure 2 were analysed. From Figure 3(a) it is evident that the investigated alloy exhibits a distinctive minimum of the  $\beta$ -phase, which is also predicted by CALPHAD (see "2" in Fig. 1(a)). Thus it can be concluded that the employed commercial TiAl database can be used to study alloying trends in high Nb and Mo containing TNM alloys. For a more detailed comparison of experiment and thermodynamic prediction the reader is referred to a forthcoming publication.<sup>[43]</sup>

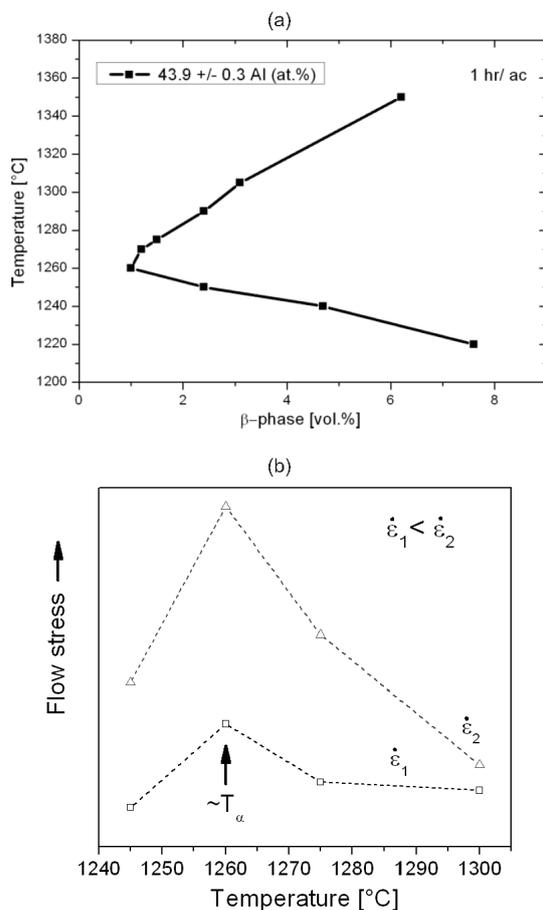


Fig. 3. (a) Dependence of  $\beta$ -phase volume fraction on temperature for alloy Ti-43.9Al-4Nb-1Mo-0.1B. The samples were annealed for 1 hr, followed by air cooling. The C-shaped run of the curve confirms the CALPHAD prediction (Fig. 1(a)). (b) Dependence of the flow stress of hot-extruded alloy Ti-43.9Al-4Nb-1Mo-0.1B on temperature and strain rate (here 0.05 and 0.5 s<sup>-1</sup>). Because of confidentiality reasons the numerical values of the flow stresses have been omitted. The temperature where the maximum of the flow stress occurs corresponds with that temperature where both CALPHAD and experimental data predict the minimum fraction of the  $\beta$ -phase.

To investigate the plastic flow behaviour of alloy Ti-43Al-4Nb-1Mo-0.1B cylindrical specimens with the dimension  $\varnothing$  4 mm  $\times$  10 mm were cut from stress-relieved hot-extruded material. The experiments were performed in a deformation dilatometer.<sup>[27,28]</sup> The samples were heated under helium atmosphere up to temperatures in the range of 1240 to 1300 °C, held for 10 min and then deformed at rates between 0.05 and 0.5 s<sup>-1</sup>. Figure 3(b) presents schematically the dependence of the flow stress on temperature and strain rate. The flow stress shows a distinct strain rate dependency, which is a specific behaviour of  $\gamma$ -TiAl based alloys.<sup>[44]</sup> Of particular interest, however, is the pronounced flow stress peak. The temperature of the peak maximum corresponds to that temperature

where both CALPHAD and experiment show the minimum fraction of  $\beta$ -phase (see Fig. 1(a) and 3(a)). For a deformation temperature below the peak maximum the flow stress decreases as it decreases for temperatures above the flow stress maximum. The behaviour of the flow stress correlates directly with the present volume fraction of the  $\beta$ -phase. Obviously, the  $\beta$ -phase provides a sufficient number of independent slip systems. Thus, it improves the deformability at elevated temperature, where, for example, processes such as extrusion, rolling and forging are carried out. Recently, the temperature dependence of the  $\beta$ -phase in alloy Ti-43Al-4Nb-1Mo-0.1B was investigated by means of high-energy XRD.<sup>[27]</sup> The results indicated that disordered  $\beta$  and ordered B2 coexist up to high temperatures, presumably forming a domain structure. This finding is in agreement with thermodynamic calculations (Fig. 1), where the presence of B2 is predicted up to about 1410 °C. However, the  $\beta$ /B2 coexistence is in partial contradiction with the demand of a disordered bcc high-temperature phase (see Section 2). Nevertheless, one can speculate about the difference in the deformation behaviour of  $\beta$  and B2 at such high temperatures where hot-working is conducted. This question, however, is topic of ongoing research. Of particular technological importance is the fact that alloy Ti-43Al-4Nb-1Mo-0.1B shows a rather robust hot-working behaviour and possesses a wide deformation window either above or below  $T_\alpha$ . It should be noted that either way hot-working is conducted within phase regions where at least two phases exist. In addition, forging tests on industrial scale were performed on alloy Ti-43Al-4Nb-1Mo-0.1B using a conventional 10 MN hydraulic press without any special isothermal forging equipment. As reported in references<sup>[17,27,28]</sup> the technical feasibility of manufacturing a turbine blade in a three-step forging process has been demonstrated. For example, Figure 4 shows a turbine blade pre-form manufactured by upsetting both sides of a cylindrical bar followed by side pressing to the final shape. Analysing the forging experiments, it was found that the forging window of alloy Ti-43Al-4Nb-1Mo-0.1B is significantly extended when compared to other high Nb bearing  $\gamma$ -TiAl based alloys.<sup>[17]</sup> The



Fig. 4. Pre-form of a turbine blade manufactured by upsetting both sides of a cylindrical bar and subsequent side pressing to the final shape.<sup>[17,27,28]</sup> After forging the surface of the pre-form was ground.

observed widening can mainly be attributed to the presence of  $\beta$ -phase at forging temperature and its influence on the deformation behaviour (Fig. 3(b)). Further, it is possible to forge this alloy above  $T_w$ , where extensive grain growth is suppressed due to the presence of a  $(\alpha + \beta)$  phase region. It should be noted that in case of TNM alloys  $T_w$  is defined as that temperature where the  $\gamma$ -phase disappears completely (see Fig. 1). Therefore, variations in the chemical composition of the alloy and their effect on the shift of  $T_w$ , as explained above, are not that critical in case of alloy Ti-43Al-4 Nb-1 Mo-0.1 B. Recently, the results of isothermal forging tests conducted on a very similar TNM alloy were reported.<sup>[45]</sup> The tests confirmed the excellent hot-workability of TNM alloys. Due to their wide processing window and their rather robust forming behaviour these alloys outperform other high Nb containing TiAl alloys, such as, for example, TNB alloys.

Forged Ti-43Al-4Nb-1 Mo-0.1 B material was subjected to heat-treatments aiming at a reduction of the  $\beta$ -phase and to adjust a microstructure capable to provide balanced mechanical properties. For example, Figure 5 shows a microstructure which has been formed during a two-step heat-treatment: 1240 °C/1 hr/air cooling + 850 °C/6 hrs/furnace cooling. The first step, conducted within the  $(\alpha + \gamma + \beta)$  phase field region, determines the amount of  $\beta$ -phase as well as the size of the  $\alpha$ -grains which then transform to  $(\alpha_2 + \gamma)$  lamellar colonies upon air cooling. Due to the high cooling rate a very fine lamellar spacing is developed. In addition, the volume fraction of the  $\beta$ -phase is reduced because the chosen temperature is close to that temperature where the minimum of the  $\beta$ -phase is expected (see "2", Fig. 1(a)). Because the annealing step is performed in the  $(\alpha + \gamma + \beta)$  phase region, a certain amount of small  $\gamma$ -grains is present after cooling to room temperature. The second step of the heat-treatment, annealing at 850 °C for 6 hrs followed by furnace cooling, is a so-called "stabilization" treatment. Here, a further (slow) removal of  $\beta$ -phase takes place (see "4", Fig. 1(a)) and the constituting phases approach a condition closer to thermodynamic equilibrium.

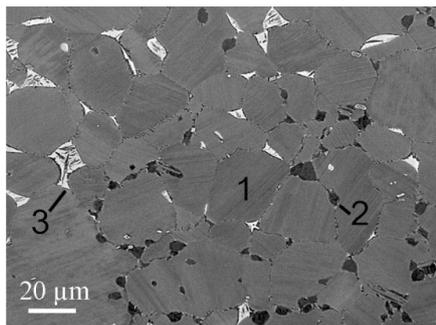


Fig. 5. Microstructure of alloy Ti-43.4Al-4 Nb-1 Mo-0.1 B after a two-step heat-treatment (1240 °C/1 hr/air cooling + 850 °C/6 hrs/furnace cooling). The microstructure is an assembly of lamellar  $(\alpha_2 + \gamma)$ -colonies (1, grey contrast) with an average size well below 100  $\mu\text{m}$  and small isolated  $\gamma$  (2, dark contrast) and  $\beta$  (3, bright contrast) grains essentially situated at colony boundaries and triple points. The SEM image is taken in back-scattered electron mode.

Alloy Ti-43.4Al-4 Nb-1 Mo-0.1 B and other alloy variants of the TNM family were subjected to extensive mechanical testing.<sup>[3,16,46–48]</sup> These investigations, including tensile tests, creep tests as well as high-cycle and low-cycle fatigue tests, have shown that TNM alloys possess balanced mechanical properties, rendering this rather new group of  $\gamma$ -TiAl based alloys to promising candidates for application in aero-engines and internal combustion engines.

#### Summary

Thermodynamic modelling based on the CALPHAD method were used to define a  $\beta$ -solidifying TiAl based alloy which exhibits an adjustable  $\beta$ -phase volume fraction at temperatures where hot-deformation processes, such as extrusion, forging, rolling, etc., are conducted. The selected  $\beta$ -solidifying alloy Ti-43Al-4 Nb-1 Mo-0.1 B, a so-called TNM alloy, shows a homogeneous and fine-grained microstructure in the as-cast state and no occurrence of a casting texture. This novel  $\beta$ -solidifying  $\gamma$ -TiAl based alloy with adjustable  $\beta$ /B2-phase fraction shows a wide forging window, providing the foundation for a robust industrial forging process. Due to a high volume fraction of the  $\beta$ -phase at hot-working temperature the alloy can be forged under near conventional conditions. The technical feasibility of manufacturing a turbine blade component in a three-step forging process has been demonstrated. With subsequent heat-treatments a defined and significant reduction of the  $\beta$ -phase is achieved, as predicted by thermodynamic calculations, allowing the adjustment of optimized microstructures gaining balanced mechanical properties.

Received: May 13, 2008

Final version: June 17, 2008

Published online: July 24, 2008

- [1] H. Clemens, H. Kestler, *Adv. Eng. Mater.* **2000**, *2*, 551.
- [2] *Gamma Titanium Aluminides 2003*, TMS, Warrendale, PA, **2003**.
- [3] *Struct. Aluminides for Elevated Temperature Appl.* TMS, Warrendale, PA, **2008**, in print.
- [4] F. Appel, M. Oehring, in *Titanium and Titanium Alloys*, WILEY-VCH, Weinheim **2003**, 89.
- [5] H. Kestler, H. Clemens, in *Titanium and Titanium Alloys*, WILEY-VCH, Weinheim **2003**, 351.
- [6] F. Appel, M. Oehring, R. Wagner, *Intermetall.* **2000**, *8*, 1283–1312.
- [7] F. Appel, U. Brossmann, U. Christoph, S. Eggert, P. Janschek, U. Lorenz, J. Müllauer, M. Oehring, J. D. H. Paul, *Adv. Eng. Mater.* **2000**, *11*, 699.
- [8] C. Leyens, in *Titanium and Titanium Alloys*, WILEY-VCH, Weinheim **2003**, 187.
- [9] V. Küstner, M. Oehring, A. Chatterjee, V. Güther, H.-G. Brokmeier, H. Clemens, in *Gamma Titanium Aluminides 2003*, TMS, Warrendale, PA, **2003**, 89.

Clemens et al./Design of Novel  $\beta$ -Solidifying TiAl Alloys with Adjustable  $\beta$ /B2-Phase Fraction

- [10] R. M. Imayev, V. M. Imayev, M. Oehring, F. Appel, *Intermetall.* **2007**, *15*, 451.
- [11] T. Tetsui, K. Shindo, S. Kobayashi, M. Takeyama, *Scr. Mater.* **2002**, *47*, 399.
- [12] T. Tetsui, K. Shindo, S. Kobayashi, M. Takeyama, *Intermetall.* **2003**, *11*, 299.
- [13] T. Tetsui, K. Shindo, S. Kaji, S. Kobayashi, M. Takeyama, *Intermetall.* **2005**, *13*, 971.
- [14] F. Appel, M. Oehring, J. D. H. Paul, *Adv. Eng. Mater.* **2006**, *8*, 371.
- [15] H. F. Chladil, *Ph.D. thesis*, Montanuniversität, Leoben, Austria **2007**.
- [16] H. F. Chladil, H. Clemens, A. Otto, V. Güther, S. Kremmer, A. Bartels, R. Gerling, *Berg- und Hüttenmännische Monatshefte (BHM)* **2006**, *151*, 356.
- [17] S. Kremmer, H. F. Chladil, H. Clemens, A. Otto, V. Güther, in *Ti-2007 Sci. and Technol. Vol. 2*, The Japan Institute of Technology, Japan **2008**, 989.
- [18] T. T. Cheng, M. H. Loretto, *Acta Mater.* **1998**, *46*, 4801.
- [19] G. L. Chen, W. J. Zhang, Z. C. Liu, S. J. Li, Y.-W. Kim, in *Gamma Titanium Aluminides 1999*, TMS, Warrendale, PA, **1999**, 371.
- [20] D. Nguyen-Manh, D. G. Pettifor, in *Gamma Titanium Aluminides 1999*, TMS, Warrendale, PA, **1999**, 175.
- [21] T. H. Yu, C. H. Koo, *Mater. Sci. Eng. A* **1997**, *239/240*, 694.
- [22] E. A. Loria, *Intermetall.* **2000**, *8*, 1339.
- [23] X. Wu, *Intermetall.* **2006**, *14*, 1114.
- [24] A. Lasalmonie, *Intermetall.* **2006**, *14*, 1123.
- [25] H. Chladil, H. Clemens, H. Leitner, A. Bartels, R. Gerling, F.-P. Schimansky, S. Kremmer, *Intermetall.* **2006**, *14*, 1194.
- [26] H. F. Chladil, H. Clemens, G. A. Zickler, M. Takeyama, E. Kozeschnik, A. Bartels, T. Bulaps, R. Gerling, S. Kremmer, L. Yeoh, K.-D. Liss, *Int. J. Mat. Res. (formerly Z. Metallkd.)* **2007**, *98*, 1131.
- [27] H. Clemens, H. F. Chladil, W. Wallgram, G. A. Zickler, R. Gerling, K.-D. Liss, S. Kremmer, V. Güther, W. Smarsly, *Intermetall.* **2008**, *16*, 827.
- [28] H. Clemens, H. F. Chladil, W. Wallgram, B. Böck, S. Kremmer, A. Otto, V. Güther, A. Bartels, in *Struct. Aluminides for Elevated Temperature Appl.* TMS, Warrendale, PA, **2008**, in print.
- [29] L. Cha, C. Scheu, H. Clemens, H. F. Chladil, G. Dehm, R. Gerling, A. Bartels, *Intermetall.* **2008**, *16*, 868.
- [30] K.-D. Liss, A. Bartels, H. Clemens, S. Bystrzanowski, A. Stark, T. Buslaps, F.-P. Schimansky, R. Gerling, C. Scheu, A. Schreyer, *Acta Mater.* **2006**, *54*, 3721.
- [31] L. Yeoh, K.-D. Liss, A. Bartels, H. F. Chladil, M. Avdeev, H. Clemens, R. Gerling, T. Buslaps, *Scr. Mater.* **2007**, *57*, 1145.
- [32] A. Bartels, S. Bystrzanowski, H. F. Chladil, H. Leitner, H. Clemens, R. Gerling, F.-P. Schimansky, in *Mater. Res. Symp. Proc. Vol.*, **2005**, S5.48.1.
- [33] C. Scheu, L. Cha, S. Sturm, H. F. Chladil, P. H. Mayrhofer, H. Clemens, A. Bartels, W. Wolf, R. Podlousky, in *Mater. Res. Symp. Proc. Vol.*, **2007**, 0980-II05-01.
- [34] A. Stark, A. Bartels, F.-P. Schimansky, R. Gerling, H. Clemens, in *Struct. Aluminides for Elevated Temperature Appl.* TMS, Warrendale, PA, **2008**, in print.
- [35] V. Güther, A. Otto, J. Klose, C. Rothe, H. Clemens, W. Kachler, S. Kremmer, in *Struct. Aluminides for Elevated Temperature Appl.* TMS, Warrendale, PA, **2008**, in print.
- [36] H. Clemens, A. Bartels, S. Bystrzanowski, H. F. Chladil, H. Leitner, G. Dehm, R. Gerling, F.-P. Schimansky, *Intermetall.* **2006**, *14*, 1380.
- [37] F. Appel, J. D. H. Paul, M. Oehring, U. Fröbl, U. Lorenz, *Mater. Mater. Trans. A* **2003**, *34*, 2149.
- [38] N. Saunders, in *Gamma Titanium Aluminides 1999*, TMS, Warrendale, PA, **1999**, 183.
- [39] R. Kainuma, Y. Fujita, H. Mitsui, I. Ohnuma, K. Ishida, *Intermetall.* **2000**, *8*, 855.
- [40] Z. Zhang, K. J. Leonard, D. M. Dimiduk, V. K. Vasudevan, in *Struct. Intermetall.* **2001**, TMS, Warrendale, PA, **2001**, 515.
- [41] Y.-W. Kim, D. M. Dimiduk, in *Struct. Intermetall.* **2001**, TMS, Warrendale, PA, **2001**, 625.
- [42] M. Takeyama, S. Kobayashi, *Intermetall.* **2005**, *13*, 989.
- [43] W. Wallgram, B. Böck, L. Drössler, H. Clemens, S. Kremmer, V. Güther, *Intermetall.* (in preparation).
- [44] F. Appel, H. Kestler, H. Clemens, in *Intermetall. Comps – Principles and Practice, Vol. 3, Progress*, John Wiley Publishers, Chicester, UK, **2002**, 617.
- [45] N. Rizzi, *TMS 2008 Annu. Meeting*, New Orleans, LA, USA, March 9–13, **2008**.
- [46] C. Leyens, *TMS 2008 Annu. Meeting*, New Orleans, LA, USA, March 9–13, **2008**.
- [47] W. Wallgram, *Diploma thesis*, Montanuniversität, Leoben, Austria **2008**.
- [48] H. Clemens, S. Kremmer, V. Güther, Unpublished data **2005–2008**.

## 7.4. Veröffentlichung 4

Mater. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 1128 © 2009 Materials Research Society

1128-U03-05

### Hot-die Forging of a $\beta$ -stabilized $\gamma$ -TiAl Based Alloy

Wilfried Wallgram<sup>1</sup>, Helmut Clemens<sup>2</sup>, Sascha Kremmer<sup>1</sup>, Andreas Otto<sup>3</sup>, Volker Güther<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Bohler Schmiedetechnik GmbH & CoKG, Kapfenberg, Austria

<sup>2</sup>Department of Physical Metallurgy and Materials Testing, Montanuniversität Leoben, Leoben, Austria

<sup>3</sup>GfE Metalle und Materialien GmbH, Nuremberg, Germany

#### ABSTRACT

Because of the small “deformation window” hot-working of  $\gamma$ -TiAl alloys is a complex and difficult task and, therefore, isothermal forming processes are favoured. In order to increase the deformation window a novel Nb and Mo containing  $\gamma$ -TiAl based alloy (TNM™ alloy) was developed. Due to a high volume fraction of  $\beta$ -phase at elevated temperatures the alloy can be hot-die forged under near conventional conditions, which means that conventional forging equipment with minor and inexpensive modifications can be used. With subsequent heat-treatments balanced mechanical properties can be achieved. This paper summarizes our progress in establishing a “near conventional” forging route for the fabrication of  $\gamma$ -TiAl components. The results of lab scale compression tests and forging trials on an industrial scale are included. In addition, the mechanical properties of forged and heat-treated TNM™ material are presented.

#### INTRODUCTION

The strong need for higher efficiency, reduced CO<sub>2</sub> emissions and weight reduction in aircraft engines leads to a demand of innovative light-weight high-temperature resistant materials which can partly substitute the materials currently employed. Presently, Ni-base alloys are used for turbine blades in aero-engines which satisfy the high mechanical and thermal requirements, like creep resistance and toughness as well as thermal stability of the microstructure. A disadvantage of Ni-base alloys, however, is their high density of about 8 g/cm<sup>3</sup>. Intermetallic titanium aluminides, which exhibit a low density of about 4 g/cm<sup>3</sup>, are certainly among the most promising candidates to meet the required thermal and mechanical specifications. After a long period of fundamental research and technological studies the production of engine blades made of  $\gamma$ -TiAl alloys is at the verge of realization. Today there are mainly two industrial approaches for the fabrication of  $\gamma$ -TiAl turbine components. As reported recently, the production via the investment casting route has been established for serial production [1]. However, it is well-known that the mechanical properties of  $\gamma$ -TiAl alloys in cast (and heat-treated) condition are lower than those of wrought processed  $\gamma$ -TiAl alloys. During the last decade several “wrought”  $\gamma$ -TiAl alloys with complex alloy compositions have been developed [2]. These alloys exhibit excellent mechanical properties, but show a narrow processing window [3]. Therefore, these alloys can only be forged under isothermal conditions. However, isothermal forging of  $\gamma$ -TiAl must be performed at high temperatures, requiring special dies and environmental conditions which increase manufacturing costs. Therefore, Nb and Mo containing  $\gamma$ -TiAl alloys have been developed which are appropriate to hot-die forging under near conventional conditions. These so-called TNM™ alloys possess a high amount of unordered  $\beta$ -phase with bcc lattice at elevated

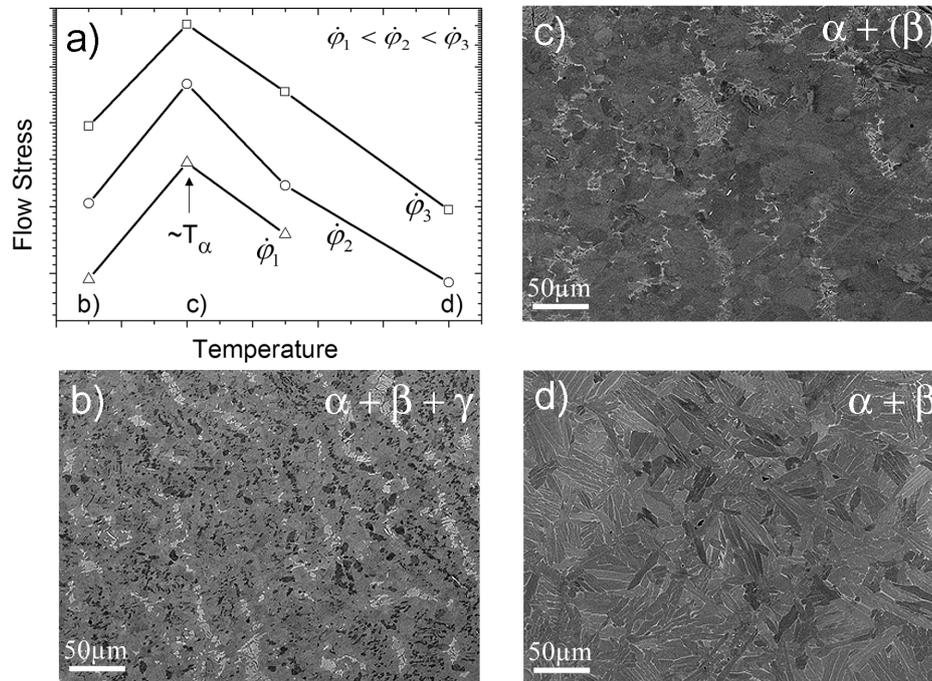
temperatures which improves hot workability. This paper elucidates the hot-die forging route developed for TNM™ alloys.

## EXPERIMENT

The investigated  $\gamma$ -TiAl alloy has a nominal composition of Ti-43Al-4Nb-1Mo-0.1B (in atomic percent). The ingot was produced via a triple vacuum arc remelting process to achieve good chemical homogeneity [4]. Then the ingot with 200 mm in diameter was steel canned and hot-extruded to a diameter of 30 to 55 mm, depending on application. Subsequently, a stress relieve heat-treatment was conducted. The phase transition temperatures of the alloy, which are the basis of hot-working and heat-treatments, were determined by differential scanning calorimetry (DSC) using a Setaram Setsys Evolution [5]. Lab scale compression tests were performed on a DIL805 A/D supplied by Bähr Thermoanalyse GmbH. The industrial hot-die forging process was carried out on a conventional hydraulic press with a maximum force of 1000 metric tons. The press is specially automated to guarantee a low deformation speed which is essential due to the high strain rate sensitivity of  $\gamma$ -TiAl alloys [6]. To prevent heat loss during the forging process the surface of the billet was covered with a special heat shielding and the dies were pre-heated to a temperature of approximately 400°C to 800°C below the billet temperature. Prior to forging the billets were heated in an electric furnace in argon atmosphere and held for a defined time. Subsequently, the forged material was subjected to different heat-treatments in order to obtain balanced mechanical properties. Tensile and creep tests were conducted according to ASTM-E8 and ASTM-E139.

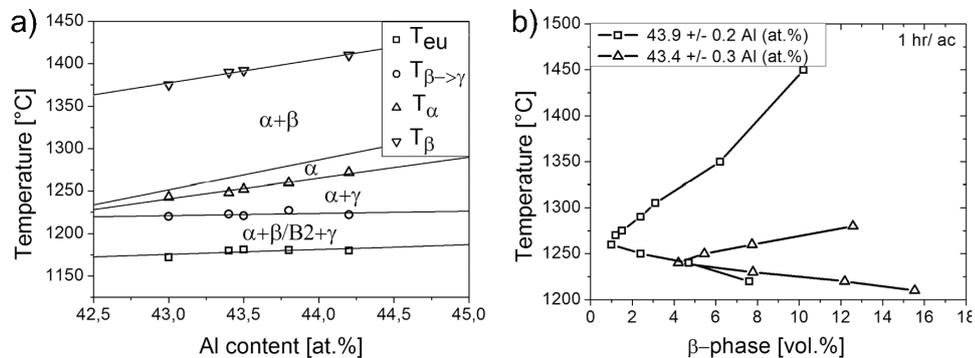
## RESULTS AND DISCUSSION

In order to study the deformation behavior of the investigated alloy lab scale compression tests were carried out. Samples with a diameter of 4 mm and a length of 10 mm were heated in helium atmosphere up to temperatures in the range of 1240°C to 1300°C and deformed at strain rates between 0.05 and 0.5 s<sup>-1</sup>. Figure 1 presents schematically the flow stress as a function of temperature and strain rate. As expected, a strong strain rate dependency is observed. This behavior can be explained by thermally activated dislocation motion [6]. Of particular interest is the distinct maximum of the flow stress close to the  $\alpha$ -transus temperature ( $T_\alpha$ ). The temperature of the peak maximum corresponds with that temperature where thermodynamic calculations predict the minimum in ductile  $\beta$ -phase as well as in  $\gamma$ -phase fraction [7]. At elevated temperatures both  $\beta$  and  $\gamma$  provide good deformation behavior which is attributed to a sufficient number of slip systems [6,7]. Close to  $T_\alpha$ , however, the hexagonal  $\alpha$ -phase is the dominant microstructural constituent showing a lower deformability.



**Figure 1.** (a) Dependence of the flow stress of a TNM™ alloy on temperature and strain rate. Due to confidentiality reasons the numerical values of flow stress and temperatures have been omitted; (b) – (d) show SEM images of hot-extruded samples which were deformed under compression at different temperatures (see (a)) using identical strain rates. After deformation to a certain strain the samples were cooled with He gas. (b) Deformation was conducted within the  $(\alpha + \beta + \gamma)$  phase region below  $T_\alpha$ . (c) compression test at the maximum of the flow stress, i.e. where the  $\beta$ -phase shows its minimum (see Figure 2b). (d) Deformation above  $T_\alpha$  in the  $\alpha + \beta$  phase-field region. All SEM images were taken in back-scattered electron mode.

To gain a better understanding of the existing phase fields and the dependence of the transition temperatures on the Al content DSC measurements were performed. Figure 2a shows the phase diagram according to DSC measurements conducted with a heating rate of 40 K/min. It should be noted that the influence of the heating rate on the transition temperatures is rather small [8]. From Figure 2a it is evident that in the range of 43 to 44 at% Al a two-phase-field ( $\alpha + \gamma$ ) and a three-phase-field ( $\alpha + \gamma + \beta$ ) exist below  $T_\alpha$ . Above the single  $\alpha$ -phase region a two-phase-field region ( $\alpha + \beta$ ) occurs. However, as described in another contribution of these proceedings [5] the existence of a  $\alpha$ -phase region is related to the dissolution behavior of the  $\beta$ -phase. It was found that the single  $\alpha$ -phase field occurs for longer annealing times only. For short-term annealing treatments within the temperature range of the single  $\alpha$ -phase region a minimum in  $\beta$ -phase volume fraction is observed (Figure 2b). The temperature where the minimum in  $\beta$ -phase volume fraction occurs critically depends on the Al-content of the alloy.



**Figure 2.** (a) Dependence of the phase transition temperatures on Al-content. The transition temperatures were determined by DSC measurements employing a heating rate of 40 K/min (see text). (b) Dependence of  $\beta$ -phase fraction on temperature for two Ti-xAl-4Nb-1Mo-0.1B alloys with different Al content is shown. The samples were annealed for 1 hour, followed by air cooling. The minimum of the  $\beta$ -phase fraction correlates with the maximum in flow stress (Figure 1a).

With this knowledge it was possible to establish a safe process window where hot-die forging can be performed on an industrial scale. In order to prove the feasibility of a blade forging process where upsetting (pressing along extrusion direction) and side-pressing (pressing perpendicular to extrusion direction) of the material is necessary, the experimental setup included upsetting experiments using cylinders with a diameter of 40 mm and a length of 40 mm as well as side pressing experiments with cylinders of 40 mm in diameter and 40-260 mm in length. In Figure 3 representative results from various forging experiments are shown together with two different blade forgings. In addition, all forging experiments were supported by finite element simulations using the software packages Deform 2D and 3D. From the simulation it was possible to extract information on temperature changes, local strain rates and on the stress distribution during forging.

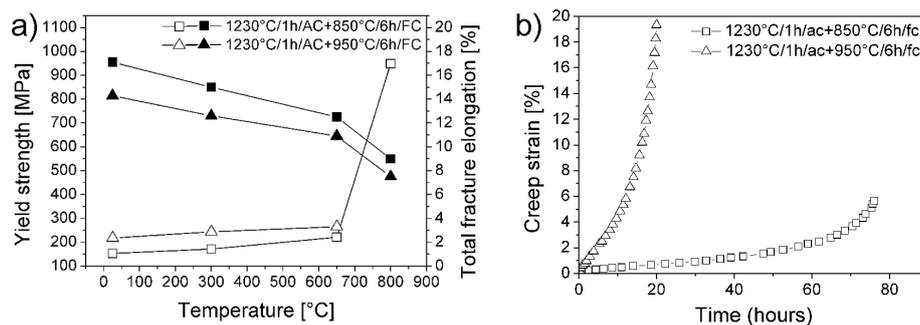


**Figure 3.** TNM™ billets after (a) upsetting to an overall strain of 0.7 and (b) after side pressing to an overall strain of 1.3. Photographs (c) and (d) show different TNM™ blade pre-forms manufactured by upsetting both sides of a cylindrical bar and subsequent side pressing to final shape (3-step forging process). After forging the surface of the depicted examples was ground.

Finally, samples were taken from forged pancakes (e.g. see Figure 3, pancake c) and subjected to heat-treatments in order to reduce the portion of  $\beta$ -phase and to adjust a microstructure capable of providing the required mechanical properties. The forged material was subjected to the following two-step heat treatments:

- (A) 1230°C/ 1 hour/ air cooling + 850°C/ 6 hours/ furnace cooling
- (B) 1230°C/ 1 hour/ air cooling + 950°C/ 6 hours/ furnace cooling.

The first step, conducted within the  $(\alpha + \gamma + \beta)$  phase field region, adjusts the size of the  $\alpha$ -grains which then transform to  $(\alpha_2 + \gamma)$  lamellar colonies upon air cooling. However, due to the high cooling rate only few and very thin  $\gamma$ -lamellae have been formed. In addition, the volume fraction of the  $\beta$ -phase is reduced because the chosen temperature is close to the temperature where the minimum in  $\beta$ -phase fraction is expected (Figure 2b). Because the annealing step is performed in the  $(\alpha + \gamma + \beta)$  phase region, a certain amount of small equiaxed  $\gamma$ -grains is present after cooling to room temperature. The second step of the heat-treatment, annealing at 850°C or 950°C for 6 hrs followed by furnace cooling, is a so-called “stabilization” treatment. Here, a further removal of  $\beta$ -phase takes place and the constituting phases approach a condition closer to thermodynamic equilibrium which also can be seen in the complete formation of the  $(\alpha_2 + \gamma)$  lamellar colonies [9]. For detailed information on the evolution of the microstructure during heat-treatments the reader is referred to another paper of these proceedings [10]. Figures 4a, b show the results of tensile and creep tests conducted on alloy Ti-43Al-4Nb-1Mo-0.1B after heat treatments (A) and (B). The higher yield strength of the material after heat-treatment (A) can be connected to the smaller lamellar spacing within the  $(\alpha_2 + \gamma)$  lamellar colonies. For test temperatures higher than 650°C a significant increase in tensile elongation is observed. At room temperature the material subjected to heat-treatment (B) shows a higher fracture strain than the material heat-treated according to (A). The differences in yield strength and fracture strain can be explained by the differences in the morphology of the microstructure as well as differences in the occurring phase fractions. Results of creep tests conducted at 800°C and 300 MPa show similar results. Here, heat-treatment (A) leads to a higher creep strength which also is attributed to the smaller lamellar spacing within the  $(\alpha_2 + \gamma)$  lamellar colonies [10]. It can be summarized that heat treatment (A) leads to a low fracture strain, but shows the best creep resistance, whereas (B) increases fracture strain, but decreases creep resistance.



**Figure 4.** (a) Yield strength (■, ▲) and total fracture elongation (□, △) of forged and subsequently heat-treated Ti-43Al-4Nb-1Mo-0.1B material. The heat-treatments are indicated in the diagram. (b) Results of creep tests conducted in air at 800°C and 300 MPa. Note: the relatively high creep stress of 300 MPa at 800°C was selected to discern the effect of microstructural differences within short test times.

## SUMMARY

TNM™ alloys are multi-phase TiAl alloys which contain a balanced concentration of the  $\beta$ -stabilizers Nb and Mo. These alloys exhibit a high volume fraction of ductile bcc  $\beta$ -phase at temperatures where hot-deformation processes, such as forging, rolling, etc., are conducted in order to facilitate plastic deformation. This novel  $\beta$ -solidifying  $\gamma$ -TiAl based alloys with adjustable  $\beta$ -phase fraction show a wide forging window with regard to billet temperature, die temperature and ram speed, providing the foundation for a robust industrial forging process. Due to a high volume fraction of the  $\beta$ -phase at hot-working temperature the alloy can be forged under near conventional conditions. The technical feasibility of manufacturing a turbine blade in a three-step forging process has been demonstrated. Furthermore, it is possible to forge this alloy above  $T_{\alpha}$ , where extensive grain growth is suppressed due to the presence of a ( $\alpha$ + $\beta$ ) phase region. With subsequent heat-treatments a defined and significant reduction of the  $\beta$ -phase is achieved, allowing the adjustment of optimized microstructures which leads to balanced mechanical properties.

## REFERENCES

1. M. J. Weimer, T. J. Kelly, Paper presented at the 3<sup>rd</sup> international Workshop on  $\gamma$ -TiAl Technologies, Bamberg, Germany, (March 28 – 31, 2006).
2. F. Appel, J. D. H. Paul, M. Oehring, C. Buque, in: Gamma Titanium Aluminides 2003, eds. Y.-W. Kim, H. Clemens, A. H. Rosenberger (The Minerals, Metals and Materials Society (TMS), Warrendale, 2003), pp. 139-151.
3. S. Kremmer, H. F. Chladil, H. Clemens, A. Otto, and V. Güther, in Ti-2007 Science and Technology, Vol. 2, The Japan Institute of Technology, Japan 2008, 989.
4. V. Güther, A. Otto, J. Klose, C. Rothe, H. Clemens, W. Kachler, S. Winter, S. Kremmer, in: Structural Aluminides for Elevated Temperature Applications, eds. Y.-W. Kim, D. Morris, R. Yang, C. Leyens, (The Minerals, Metals and Materials Society (TMS), Warrendale, 2008), pp. 249-256.
5. H. Clemens, B. Boeck, W. Wallgram, T. Schmoelzer, L. M. Droessler, G. A. Zickler, H. Leitner, A. Otto, these proceedings.
6. F. Appel, H. Kestler and H. Clemens, in: Intermetallic Compounds – Principles and Practice, Volume 3, Progress, eds.: J. H. Westbrook and R. L. Fleischer (Chichester, UK: John Wiley Publishers, 2002), 617-642.
7. H. Clemens, W. Wallgram, S. Kremmer, V. Güther, A. Otto, A. Bartels, *Adv. Eng. Mater.* **10**, 707 (2008).
8. H. F. Chladil, Ph.D. thesis, Montanuniversität, Leoben, Austria 2007.
9. H. Clemens, H.F. Chladil, W. Wallgram, G.A. Zickler, R. Gerling, K.-D. Liss, S. Kremmer, V. Güther, W. Smarsly, *Intermetallics* **16**, 827 (2008).
10. L.M. Droessler, T. Schmoelzer, W. Wallgram, L. Cha, G. Das, H. Clemens, these proceedings.