

Montanuniversität Leoben

**Gefüge und mechanische Eigenschaften einer
TNM-Legierung für den Einsatz als
Rennsportventil nach einer neuen Herstellroute**



Die vorliegende Arbeit wurde am Department Metallkunde und Werkstoffprüfung der Montanuniversität Leoben in Kooperation mit den Märkischen Werken - Racing und der Gfe Metalle und Materialien GmbH durchgeführt.

Leoben, Jänner

Eidesstattliche Erklärung:

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

Leoben, Jänner

Lisa Maria Tengg

Danksagung

Zu Beginn möchte ich mich bei der Firma MWR und der Firma GfE, im Speziellen bei Herrn Dr. Holger Fellmann und Herrn Dr. Volker Güther, bedanken, die die Durchführung dieser Masterarbeit ermöglicht haben.

Ein großer Dank gilt auch Herrn Univ.-Prof. DI Dr. mont. Helmut Clemens und Frau Ass.Prof. DI Dr. mont. Svea Mayer die mir während der Arbeit immer wieder mit Ratschlägen geholfen haben und mich während der ganzen Zeit tatkräftig unterstützt haben. Auch für die immer offenen Türen und die Hilfe bei den Besprechungen möchte ich mich herzlich bedanken.

Herrn DI Dr. mont. Thomas Klein und Herrn DI Michael Burtscher möchte ich besonders danken. Beide haben mir gerade in der Anfangsphase meiner Masterarbeit mit ihren Anregungen und ihrem fundierten Wissen über TiAl-Werkstoffe sehr geholfen. Nur deshalb war es mir möglich mich so schnell in das Thema meiner Arbeit einzuarbeiten.

Des Weiteren möchte ich mich bei allen Freunden und Kollegen am Department Metallkunde und Werkstoffprüfung für die schöne Zeit und das angenehme Arbeitsklima bedanken.

Abschließend möchte ich mich bei meiner Familie und meinen Freunden für ihre Unterstützung und Motivation während meines Studiums bedanken. Ein ganz besonderer Dank gilt meinem Freund Bernhard, der mich immer wieder ermutigt hat und mir so die notwendige Durchhaltekraft gegeben hat.

Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis	I
Kurzfassung und Abstract	III
Abkürzungsverzeichnis und verwendete Symbole.....	IV
1 Einleitung und Problemstellung	1
2 Theoretische Grundlagen–Legierungssystem TiAl	3
2.1 Das Zweistoffsystem Titan-Aluminium.....	3
2.1.1 Die ungeordneten Phasen	4
2.1.2 Die geordneten Phasen	4
2.2 Das Legierungssystem TNM-B1	5
2.2.1 Einflüsse von Legierungselementen	6
2.3 Phasenumwandlungen der TNM-B1 Legierung.....	7
2.4 Erholung und Rekristallisation.....	10
2.5 Ermüdungsfestigkeit von TiAl	12
3 Methodik und experimentelle Durchführung	15
3.1 Herstellung der Legierung	15
3.2 Umformung zu Rohlingen.....	18
3.3 Wärmebehandlung.....	21
3.4 Probenherstellung	22
3.4.1 Mechanische Präparation.....	22
3.4.2 Ätzen der Proben.....	23
3.5 Untersuchungsmethoden zur Gefügecharakterisierung.....	24
3.5.1 Lichtmikroskopie	24
3.5.2 Stereomikroskopie.....	24
3.5.3 Rasterelektronenmikroskopie	24
3.6 Härteprüfung	25
3.7 Mechanische Prüfverfahren	25

Inhaltsverzeichnis	II
3.7.1 Biegeumlaufprüfung.....	26
3.7.2 Zugversuche.....	27
4 Ergebnisse und Diskussion	29
4.1 Guss/HIP-Zustand	29
4.1.1 Mittensegmente des Guss/HIP-Stabes.....	30
4.1.2 Scheiben des Guss/HIP-Stabes	37
4.2 Material nach Extrusion erster Stufe.....	39
4.3 Material nach Extrusion zweiter Stufe	43
4.4 Ergebnisse der Biegeumlaufuntersuchungen	46
4.4.1 Ergebnisse der Schaftproben der ersten Lieferung.....	47
4.4.2 Ergebnisse der Tellerproben der ersten Lieferung.....	50
4.4.3 Ergebnisse der Schaftproben der zweiten Lieferung	51
4.4.4 Ergebnisse der Tellerproben der zweiten Lieferung	53
4.5 Ergebnisse der Zugversuche	56
4.6 Rissbruchzähigkeit	59
4.7 Korrelation der Härte mit der Dehngrenze	60
5 Zusammenfassung und Ausblick	61
6 Literaturverzeichnis	63
Anhang A.....	I
Anhang B.....	IV
Anhang C.....	VI

Kurzfassung und Abstract

Kurzfassung

Gefüge und mechanische Eigenschaften einer intermetallischen TNM-Legierung für den Einsatz als Rennsportventil nach einer neuen Herstellroute:

In der vorliegenden Masterarbeit wird eine Grundcharakterisierung einer intermetallischen TNM-Legierung nach einer neuen Herstellroute für die Fertigung von Rennsportventilen durchgeführt. Ziel ist es den neuen Prozess mit anderen bereits etablierten Prozessen zu vergleichen und mögliche Vorteile wie eine verbesserte chemische und mikrostrukturelle Homogenität oder bessere mechanische Eigenschaften zu ermitteln. Dabei werden die Mikrostruktur und deren Änderung während der Herstellung mit Hilfe lichtmikroskopischer und rasterelektronen-mikroskopischer Untersuchungen vollständig charakterisiert. Zusätzlich dazu kommen auch mechanische Prüfverfahren wie die Biegeumlaufprüfung und auch Zugversuche bei Raumtemperatur und hohen Temperaturen zur Anwendung. Diese Prüfmethode dienen zur Simulation des tatsächlichen Belastungszustands der Ventile im Einsatz. Die darstellbaren Merkmale der Mikrostruktur und deren Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften werden im Zuge dessen diskutiert.

Abstract

Microstructure and mechanical properties of an intermetallic TNM-alloy for racing valves processed via a new manufacturing route:

In the present master thesis a basic characterization of a TNM alloy according to a new manufacturing route for the production of racing valves is carried out. The intention of this thesis is to compare the new process with other already established processes and to identify possible benefits such as a better chemical and microstructural homogeneity or improved mechanical properties. The microstructure and its change during production are characterized by light optical microscopy and scanning electron microscopy. In addition to this, mechanical test methods such as the bending circulation test and also tensile tests at room temperature and high temperatures are carried out. The purpose of those tests is to simulate the actual load on the valves. The characteristics of the microstructure and their influence on the mechanical properties are discussed in the course of this thesis.

Abkürzungsverzeichnis und verwendete Symbole

α -Ti(Al)	hexagonal dicht gepackte Struktur von Titan und Titanlegierungen
α_2 -Ti ₃ Al	geordnete Ti ₃ Al-Phase mit DO ₁₉ Struktur
β -Ti(Al)	kubisch-raumzentrierte Hochtemperaturphase von Titan und Titanlegierungen
β_0 -TiAl	geordnete TiAl-Phase mit B2 Struktur
γ -TiAl	geordnete TiAl-Phase mit L1 ₀ Struktur
Δa	Rissfortschritt
φ_r	radialer Umformgrad
σ_b	Biegespannung
σ_D	Dauerfestigkeit
®	eingetragene Marke
A	Bruchdehnung
Al	Aluminium
at%	Atomprozent
BUP	Biegeumlaufprobe
BSD	Backscattered Electron Detector, Rückstreuelektronendetektor
EDX	energiedispersive Röntgenanalyse
GWKG	Großwinkelkorngrenzen
h	Stunde
hdp	hexagonal dicht gepackt
HIP	Heiisostatisches Pressen
K_I	Spannungsintensittsfaktor fr Mode I Belastung
K_{IC}	kritischer Spannungsintensittsfaktor fr Mode I Belastung
krz	kubisch-raumzentriert
KWKG	Kleinwinkelkorngrenze
LIMI	Lichtmikroskop
m%	Massenprozent

min	Minuten
mm	Millimeter
Mo	Molybdän
MPa	Megapascal
MWR	Märkische Werke Racing
Nb	Niob
NL + γ	Nearly Lamellar and Globular γ , nahezu lamellare Mikrostruktur, die globulares γ enthält
PST	poly-synthetically twinned
r_0	Ausgangsradius
r_1	Endradius
R_m	Zugfestigkeit
$R_{p0,2}$	Dehngrenze
R-Kurve	Risswiderstandskurve
REM	Rasterelektronenmikroskop
RT	Raumtemperatur
SED	Sekundärelektronendetektor
SiC	Siliziumkarbid
$T_{\beta \text{ trans}}$	β -Transustemperatur
$T_{\gamma \text{ solv}}$	γ -Solvustemperatur
T_{eut}	Eutektoide Temperatur
T_{liq}	Liquidustemperatur
T_{sol}	Solidustemperatur
tfz	tetragonal-flächenzentriert
Ti	Titan
TiAl	Titanaluminide
TNM	Titanaluminidlegierung mit Niob und Molybdän als Hauptlegierungselemente

U/min.....Umdrehungen pro Minute

V%.....Volumenprozent

Z.....Ordnungszahl

1 Einleitung und Problemstellung

Im Rennsport werden die Reglementierungen in allen Bereich immer strenger. Der Kraftstoffverbrauch wurde im Zuge dessen auf 100 kg/h und die maximale Umdrehungszahl auf 15000 U/min beschränkt [1,2]. Zugleich wird auch im zivilen Automobilbereich die Forderung nach einem verringerten Brennstoffverbrauch, einem niedrigeren Schadstoffausstoß und einer Verminderung des Lärmpegels immer lauter. Die Lösung der Automobilindustrie ist das sogenannte „Down-sizing“ der Verbrennungsmotoren. Dabei werden die Effizienz des Motors und die hubraumspezifische Leistung verbessert, indem die Verbrennungstemperatur auf 850 °C (Dieselmotor) beziehungsweise 1050 °C (Benzinmotor) eingestellt wird und gleichzeitig der Gasdruck und die Drehzahl gesteigert werden. Durch diese Änderung der Bedingungen im Motor muss auch das Anforderungsprofil an die Bauteile verändert werden [3]. Eine Möglichkeit dieses Ziel zu erreichen ist die Fertigung von Ventilen aus Werkstoffen mit einer geringen Dichte.

Intermetallische Titanaluminide (TiAl) sind Leichtbauwerkstoffe mit einem großen Potential für solche thermisch und mechanisch hochbeanspruchten Anwendungen. Dazu zählen Bereiche wie die Luftfahrtindustrie oder die Automobilindustrie. Der Werkstoff TiAl zeichnet sich durch seine einzigartige Kombination von Eigenschaften aus. Dazu zählen der hohe Schmelzpunkt ($>1450\text{ °C}$), die niedrige Dichte ($3.9\text{-}4.2\text{ g/cm}^3$), der hohe spezifische Elastizitätsmodul und die hohe spezifische (Kriech-) Festigkeit bei Temperaturen bis ca. 800 °C [3–5]. Speziell bei hohen Temperaturen um $600\text{-}800\text{ °C}$ übertrifft TiAl alle herkömmlichen Titanlegierungen in Bezug auf deren spezifische Festigkeit. Auch beim Vergleich mit den relativ schweren Nickelbasislegierungen ist die spezifische Festigkeit von TiAl-Legierungen auf demselben Niveau [6]. Die Anwendung von TiAl als Strukturwerkstoff wird aber durch die niedrige Duktilität und dadurch niedrige Bruchdehnung bei Raumtemperatur erschwert [7]. Ein Grund für die geringe plastische Verformbarkeit ist, dass Titanaluminide eine starke plastische Anisotropie, und eine niedrige Anzahl freier Gleitsysteme aufweist [8]. Die Bruchzähigkeit von TiAl liegt in einem Bereich von nur $5\text{-}25\text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ und somit nur knapp oberhalb der typischen Werte für Keramiken [9]. Daher müssen Konstruktionsteile aus TiAl enge Herstelltoleranzen einhalten, um ein frühzeitiges Versagen von Bauteilen ausschließen zu können. Trotz der dadurch hohen Herstellkosten werden Titanaluminide zu einem immer stärkeren Mitbewerber im Bereich der Hochtemperaturwerkstoffe. Bei den Hauptanwendungen handelt es sich um Abgasturbolader, Automobilventile und Triebwerksschaufeln in Flugzeugturbinen [3].

Bei der Implementierung von TiAl für Automobilventile, kann durch die niedrige Dichte eine Verbesserung der Motoreffizienz erreicht werden. Die hohe Härte und die Oberflächenbeschaffenheit sorgen für einen geringen Verschleiß im Betrieb. Aufgrund des hohen E-Moduls besitzen TiAl-Ventile auch eine Eigenfrequenz, die ca. 30-35% über der von Nickelbasislegierungen liegt [10]. Dadurch ist die Gefahr einer Überbelastung durch das Durchschreiten eines Resonanzbereiches nicht mehr gegeben. Dadurch kommt es auch zu einer Verringerung der Lärmemission im Betrieb [3]. Für den Einsatz im zivilen Automobilbereich sind Ventile aus TiAl aber noch zu teuer.

Ziel dieser Arbeit ist es, die Grundcharakterisierung aller Umformstufen eines neuen Herstellprozesses für Rennsportventile durchzuführen. Bei diesem neuen Prozess sollen bei der Erzeugung der TNM-Legierung hochwertige Schrotte aus anderen Prozessen zum Einsatz kommen. Dieses Recyclingmaterial wird anschließend auch über einen neuen Prozess in zwei Stufen umgeformt. Dabei soll eine vollständige Charakterisierung der Mikrostruktur aller Zwischenstufen durchgeführt werden. Zusätzlich dazu werden auch mechanische Prüfungen am TNM-Material durchgeführt. Die Erkenntnisse dieser Untersuchungen sollen mit den Werten der zurzeit im Einsatz befindlichen Ventile verglichen werden. Diese wurden 2014 von der Firma MWR in Großbudungen erfolgreich auf den Markt gebracht und setzten neue Maßstäbe im Bereich der Festigkeit und Verlässlichkeit von Rennsportventilen. Die Ventile der neuen Herstellroute sollen die mechanischen Eigenschaften dieser Ventile, vor allem in Bezug auf die Dauerfestigkeit, übertreffen. Durch den neuen Herstellprozess soll eine verbesserte Homogenität der Mikrostruktur erreicht werden. Durch diese Optimierung der Eigenschaften soll die Performance der Bauteile weiter verbessert werden, um auch in den nächsten Jahren den hohen Ansprüchen der Formel 1 zu genügen.

2 Theoretische Grundlagen–Legierungssystem TiAl

Im folgenden Kapitel werden die wesentlichen thermodynamischen Eigenschaften von Titanaluminiden (TiAl) beleuchtet. Dabei wird auch auf das Werkstoffverhalten bei Hochtemperaturumformung und die Ermüdungsfestigkeit bei der Anwendung von TiAl eingegangen.

2.1 Das Zweistoffsystem Titan-Aluminium

Im binären Phasendiagramm von Titan (Ti) und Aluminium (Al) kommen mehrere intermetallische Phasen vor, die sich durch Kristallstruktur und Subgitterbesetzung von den anderen Mischkristallen unterscheiden [8]. Diese Ordnungsphasen besitzen besondere mechanische Eigenschaften, wie zum Beispiel (z.B.) eine hohe spezifische Festigkeit, einen hohen spezifischen Elastizitätsmodul sowie gute Korrosions- und Oxidationsbeständigkeit. Aufgrund dieser Eigenschaften gelten diese intermetallischen Werkstoffe als attraktiver Leichtbauwerkstoff für die Luftfahrt- und Automobilindustrie [3]. In Abbildung 2.1 ist das überarbeitete Phasendiagramm des Zweistoffsystems Ti-Al nach Schuster und Palm dargestellt.

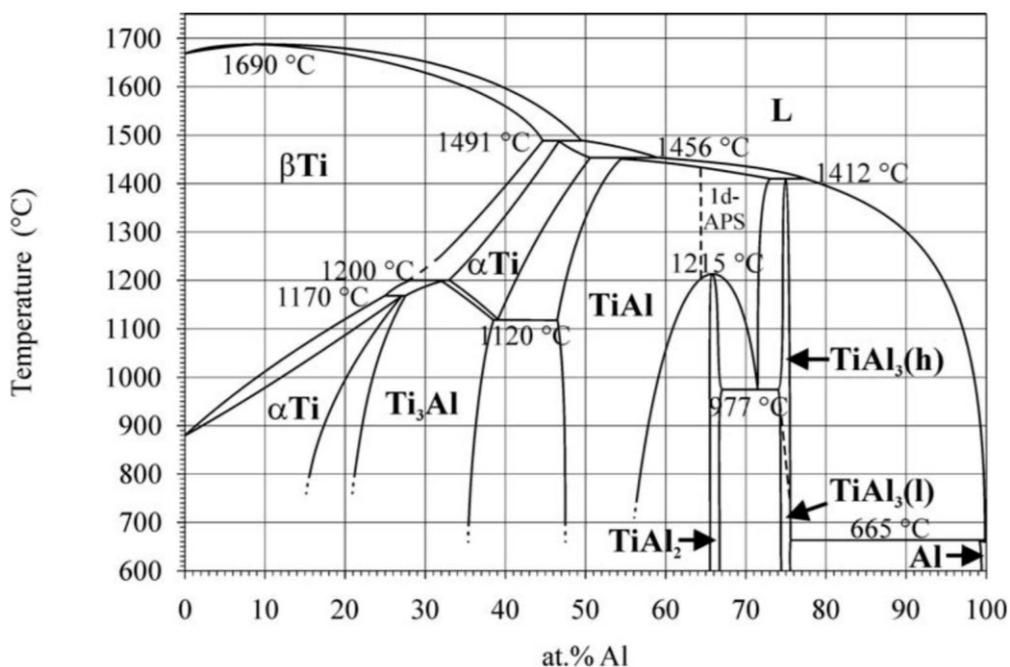


Abbildung 2.1: Phasendiagramm Titan-Aluminium nach Schuster und Palm [11].

Neben den ungeordneten Phasen α -Ti(Al) und β -Ti(Al) ist eine Reihe von intermetallischen Phasen vorhanden. Bei diesen handelt es sich um die geordneten Phasen α_2 -Ti₃Al, γ -TiAl, TiAl₂ und TiAl₃. Zusätzlich zu diesen Phasen spielt die geordnete Variante β_0 -TiAl der Hochtemperaturphase β eine wichtige Rolle in technischen Legierungen [8,12]. Von diesen Ordnungsphasen sind nur die α_2 -Phase, die β_0 -Phase und die γ -Phase von technischer Relevanz, da die Phase TiAl₂ und die Strichphase TiAl₃ zu spröde sind [12].

Die Morphologie der Phasen und die dadurch festgelegten mechanischen Eigenschaften von mehrphasigen γ -TiAl-Basislegierungen hängen aber nicht nur von der Zusammensetzung, sondern auch vom Herstellweg und den nachfolgenden Wärmebehandlungen ab [12].

2.1.1 Die ungeordneten Phasen

Über der eutektoiden Temperatur, siehe Abbildung 2.1, besitzen Titanaluminide eine ungeordnete hexagonal dicht gepackte Struktur (hdp), die Struktur der titanreichen α -Phase. Bei hohen Temperaturen ist die kubisch-raumzentrierte (krz) β -Phase stabil [12]. In Abbildung 2.2 sind die Gitterstrukturen der ungeordneten Phasen ersichtlich. In Abbildung 2.2 a) ist die ungeordnete β -Phase dargestellt, in Abbildung 2.2 b) die ungeordnete α -Phase.

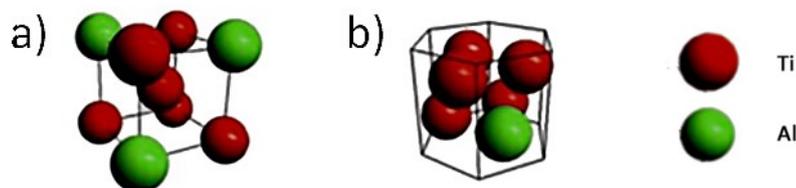


Abbildung 2.2: a) ungeordnete krz β -Phase; b) ungeordnete hdp α -Phase [13].

Wichtig ist vor allem die ungeordnete β -Phase, die im Zuge von Warmumformprozessen für die notwendige Umformbarkeit sorgt. Bei Anwendungstemperaturen sollte der Anteil an β im Gefüge jedoch klein sein, da die Phase, die dann geordnet vorliegt, die Kriecheigenschaften negativ beeinflusst [3].

2.1.2 Die geordneten Phasen

Geordnete Phasen, die in technischen Titanaluminiden vorkommen, sind die α_2 -Phase, die γ -Phase und die β_0 -Phase. Die Kristallstrukturen dieser Phasen sind in Abbildung 2.3 dargestellt.

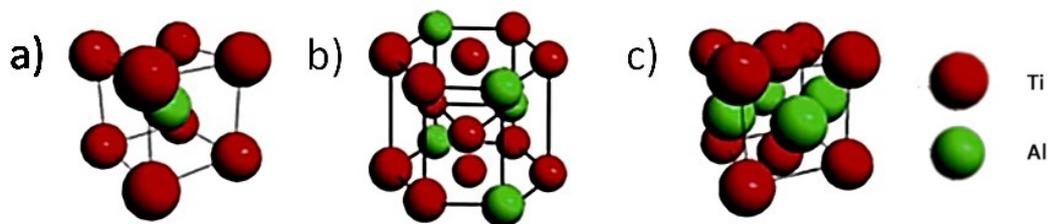


Abbildung 2.3: a) β_0 -Phase mit B2 Struktur; b) α_2 -Phase mit DO_{19} -Struktur; c) γ -Phase mit $L1_0$ -Struktur [13].

Die α_2 -Phase, in Abbildung 2.3 b) erkennbar, weist eine hexagonale DO_{19} Struktur auf. Die γ -Phase, Abbildung 2.3 c), besitzt eine leicht tetragonal verzerrte flächenzentrierte (tfz) $L1_0$ Struktur und besteht aus sich abwechselnden Ebenen von Ti- und Al-Atomen in [001] Richtung [3]. Die β_0 -Phase, Abbildung 2.3 a), besitzt eine krz B2-Struktur mit Titanatomen an den Würfecken und einem Aluminiumatom im Zentrum [3,14]. Besonders wichtig bei Titanaluminiden ist die β -Transustemperatur ($T_{\beta-Trans}$), die, abhängig von der Zusammensetzung der Legierung, zwischen 1175 °C und 1205 °C liegt [15]. Bei Warmumformprozessen sollte immer eine signifikante Menge an ungeordneter β -Phase im Gefüge vorliegen, da diese Phase genügend freie Gleitsysteme zur Verfügung stellt, um das so genannte von Mises Kriterium zu erfüllen. Dadurch kann bei hohen Temperaturen das Umformverhalten von TiAl verbessert werden [3,16]. Bei den vorhandenen Einsatztemperaturen sollte die β_0 -Phase aber nur einen unbedeutenden Bestandteil des Gefüges ausmachen, da es die Kriecheigenschaften und die Duktilität bei Raumtemperatur negativ beeinflusst [17].

2.2 Das Legierungssystem TNM-B1

Der Name der so genannten TNM-Legierung leitet sich von den Anfangsbuchstaben der Basislegierung und den wichtigsten Legierungselementen ab. Es handelt sich um Titanaluminide mit den β -stabilisierenden Hauptlegierungselementen Niob (Nb) und Molybdän (Mo) [18]. In Tabelle 2.1 ist die nominelle chemische Zusammensetzung angegeben.

Tabelle 2.1: Nominelle Zusammensetzung einer TNM-B1-Legierung in Atomprozent (at%) [19].

Legierung	Ti [at%]	Al [at%]	Nb [at%]	Mo [at%]	B [at%]
TNM-B1	Rest	43,5	4	1	0,1

Die Legierung wurde mit Hilfe thermodynamischer Berechnungen mit der CALPHAD (CALculation of PHase Diagrams) Methode entwickelt, um ein, über die β -Phase erstarrendes, Titanaluminid mit einem einstellbaren Anteil an β -Phase im Gefüge zu erhalten [16,17]. Durch diese Eigenschaften sollte eine verbesserte Bearbeitbarkeit von TiAl und damit ein vermehrter Einsatz von TiAl im Bereich von warmumgeformten Bauteilen erreicht werden [3,5,13].

2.2.1 Einflüsse von Legierungselementen

Die Zugabe von Nb zu TiAl verringert die Stapelfehlerenergie der γ -Phase und bremst Diffusionsprozesse sowohl in der γ - als auch in der α_2 -Phase. Des Weiteren beeinflusst Nb auch das Oxidationsverhalten von TiAl positiv [17]. Nb hat auch eine β -stabilisierende Wirkung und ermöglicht dadurch eine Erstarrung über die β -Phase. Dieser Umwandlungspfad wird aufgrund der homogeneren texturfreien Morphologie der peritektischen Erstarrung vorgezogen [3]. Außerdem erhöht eine Zugabe von Nb die eutektoide Temperatur (T_{eut}), bei der die Ordnungsumwandlung von α zu α_2 stattfindet, signifikant [20]. Ähnlich wie Nb erhöht auch Mo die Aktivierungsenergie für Diffusion und ist auch ein stärkerer β -Stabilisator als Nb [16,17]. Damit wird durch die Zugabe von Mo die Entstehung eines anisotropen texturierten Gefüges verhindert. Des Weiteren stellt die, bei hohen Temperaturen vorhandene, β -Phase bei Umformprozessen die erforderliche Anzahl an freien Gleitsystemen zur Verfügung. Aus diesem Grund wird die TNM-Legierung vermehrt im Bereich der geschmiedeten, extrudierten oder gewalzten Bauteile eingesetzt [3,5,17].

Ein Borgehalt von 0,1 at% wurde für die Legierung ausgewählt, um ein ausreichend feines Korn bei der Erstarrung und nachfolgenden Wärmebehandlungen zu gewährleisten [16,21]. Während des Erstarrungsprozesses fungieren Titanboride (TiB_2) wirkungsvoll als Kornfeiner, indem sie heterogene Keimbildung im β -Korn ermöglichen und das Wachstum von α -Körnern behindern [15]. Auch bei Wärmebehandlungen wirkt sich Bor positiv auf die finale Korngröße aus, indem sie vorhandene Korngrenzen an ihrem Platz festhalten ("pinnen") und so das Kornwachstum behindern. Aber werden die Titanboridausscheidungen zu groß, können sie die Duktilität der TiAl-Legierung negativ beeinflussen [16,22].

In Abbildung 2.4 a) ist das quasibinäre Phasendiagramm der TNM-B1-Legierung dargestellt, wobei die rote Linie die Legierung mit der Zusammensetzung von TNM-B1 markiert. In Abbildung 2.4 b) ist das Phasenfraktionsdiagramm dieser Legierung abgebildet. In ihm sind die Massenprozent (m%) der vorhandenen Phasen in Abhängigkeit von der Temperatur dargestellt. Folgende Phasenumwandlungen finden bei einem Abkühlen aus der Schmelze statt:

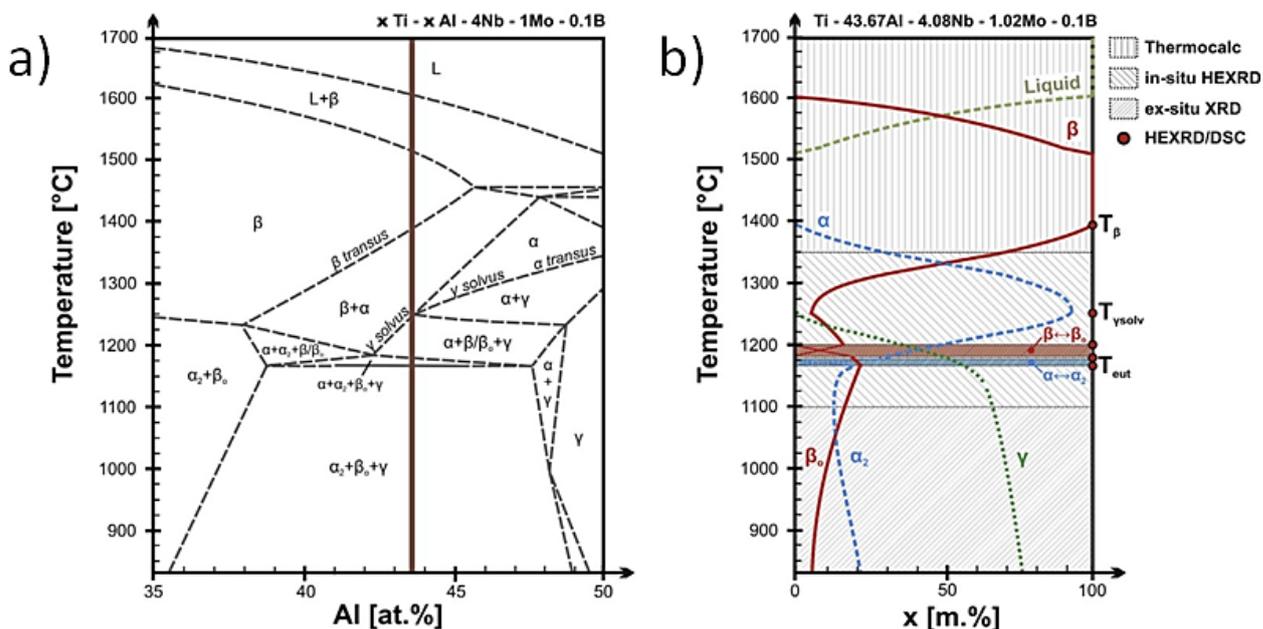
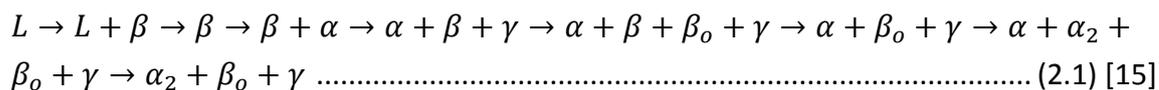


Abbildung 2.4:a) Quasibinäres Phasendiagramm der TNM-B1 Legierung; b) Phasenfraktions-Diagramm der mit der roten Linie in a) gekennzeichneten TNM-B1-Legierung [15].

Nach dem Durchlaufen aller Umwandlungs- und Ordnungsreaktionen besteht das Gefüge bei Raumtemperatur (RT) aus den Phasen α_2 , β_o und γ . In Abbildung 2.4 b) ist bei 1200 °C ein roter Balken eingezeichnet. Über diesem Balken liegt ein Temperaturbereich bei dem ein höherer Anteil von β im Gefüge vorhanden ist. Dieser Bereich zwischen 1200 °C und 1250 °C ist daher günstig für Warmumformprozesse und wird daher auch als Schmiedefenster bezeichnet [15,21].

2.3 Phasenumwandlungen der TNM-B1 Legierung

Auf γ -TiAl basierende Legierungen mit einem Aluminiumgehalt von über 45% erstarren im Normalfall peritektisch. Dieser Erstarrungsweg führt aber zu einer groben Mikrostruktur, Mikroseigerungen der Legierungselemente und einer starken Textur. Diese Zustände können nur mit höchstem Aufwand wieder beseitigt werden und sind nachteilig in Bezug auf die mechanischen Eigenschaften. Daher wird eine andere Art der Erstarrung bevorzugt [14]. Bei TNM Legierungen ist durch die Zugabe von Nb und Mo die β -Phase stabilisiert, was eine Erstarrung über das β -Einphasengebiet ermöglicht. Die Mikrostruktur dieser Legierungen weist in diesem Fall weder ausgeprägte Seigerungen noch erkennbare Textur auf [3].

Die Phasenumwandlungen, die beim Abkühlen einer TNM-Legierung von 1700 °C auf Raumtemperatur (RT) stattfinden, sind im quasibinären Phasendiagramm in Abbildung 2.4 eingezeichnet und laufen gemäß der Formel 2.1 ab. In Abbildung 2.5 ist eine schematische Darstellung der einzelnen Schritte des Erstarrungsprozesses ersichtlich.

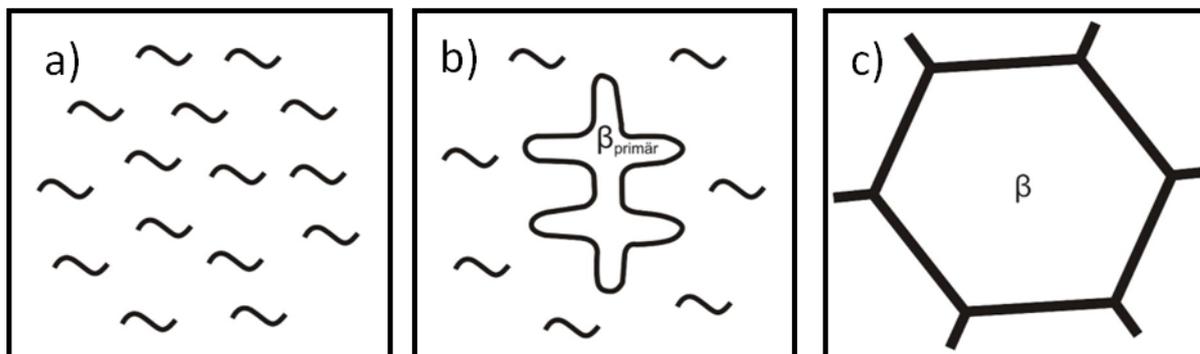


Abbildung 2.5: Schematische Darstellung der Umwandlungsschritte bei der Erstarrung von TNM-Legierungen über die β -Phase: a) Schmelze; b) dendritische β -Phase; c) reines β nach [23].

Bei Unterschreiten der Liquidustemperatur (T_{liq}) kommt es bei Unterkühlung zur Ausbildung einer treibenden Kraft. Ist diese treibende Kraft, die aus der Minimierung der Gibbs'schen freien Enthalpie resultiert, ausreichend groß, so kommt es in der Schmelze zu homogener und heterogener Keimbildung. Durch die Zugabe von Bor, und die dadurch entstehenden Titanboride (TiB_2), wird die heterogene Keimbildung zusätzlich erleichtert [24]. Daher findet unter T_{liq} die Umwandlung von fest zu flüssig nach $L \rightarrow L + \beta \rightarrow \beta$ statt. Am Anfang scheidet sich, wie in Abbildung 2.5 b) erkennbar, die primäre β -Phase in dendritischer Form aus, und mit sinkender Temperatur steigt der Anteil von β im Gefüge [25]. Nach Unterschreiten der Solidustemperatur (T_{sol}) liegt, wie in Abbildung 2.5 c) ersichtlich, reines β in globularer Form ohne erkennbare Textur vor [8,17,26]. In Abbildung 2.6 sind die Umwandlungen, die bei weiterem Absenken der Temperatur stattfinden, schematisch dargestellt.

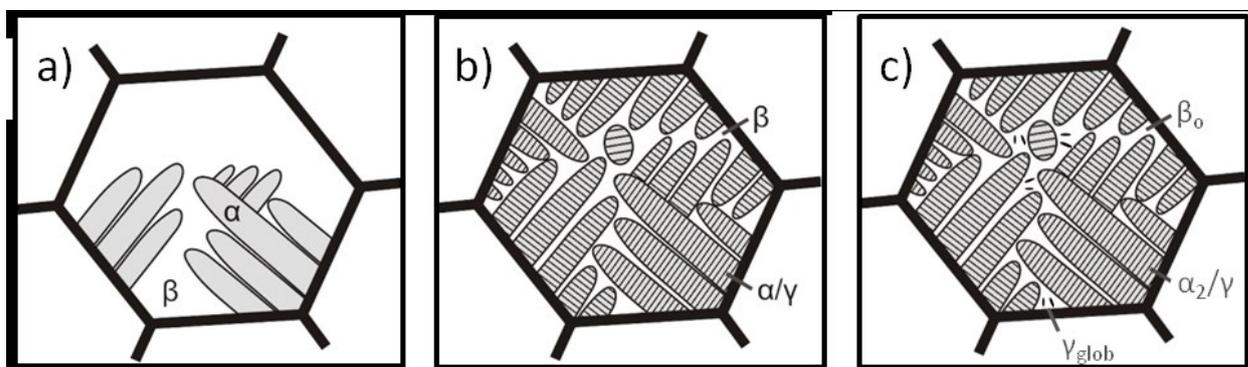


Abbildung 2.6: Schematische Darstellung der Umwandlungsschritte bei der Abkühlung von TNM-Legierungen bis RT: a) α -Latten in β b) γ -Lamellen in α c) Ordnungsreaktion von α und β und Bildung von linsenförmigem γ nach [23].

Beim Abkühlen unter $T_{\beta,trans}$ scheidet sich ungeordnetes α bevorzugt an Korngrenzen, Tripelpunkten und an in der Matrix vorhandenen Partikeln, wie z.B. TiB_2 , aus [27]. Dieser Vorgang ist in Abbildung 2.6 a) schematisch dargestellt. Die auftretende Festphasenumwandlung wurde für die TNM-Lgierung mit Hilfe eines konfokalen Laser Scanning Mikroskops genau untersucht [28]. Bei höheren Abkühlraten können sich die α Latten in 12 Orientierungen ausbilden. Dieser Umstand führt zu einer intrinsischen Kornfeinung, die bei einer peritektischen Erstarrung nicht möglich ist [3]. Diese bevorzugten kristallographischen Richtungen werden durch die Burgers-Orientierungsbeziehung beschrieben [13,27].

$$\{110\}_{\beta} \parallel (0001)_{\alpha} \text{ und } \langle 111 \rangle_{\beta} \parallel \langle 11\bar{2}1 \rangle_{\alpha} \dots \dots \dots (2.2) [13]$$

Da die Löslichkeit für Nb und Mo in α sehr klein ist, reichern sich die Elemente dabei in der β -Phase an. Dadurch kommt es zu einer Hemmung des Kornwachstums, wodurch in diesem Zweiphasengebiet $\alpha+\beta$ die Durchführung von Warmumformprozessen begünstigt ist. Bei weiterem Senken der Temperatur steigt der Anteil an α im Gefüge weiter an [17].

Beim Unterschreiten der γ -Solvustemperatur ($T_{\gamma-solv}$) wird das Dreiphasengebiet von α , β und γ erreicht [8]. Die Umwandlung, die in Abbildung 2.6 b) schematisch dargestellt ist, erfolgt dann gemäß der Orientierungsbeziehung nach Blackburn:

$$(0001)_{\alpha_2} \parallel \{111\}_{\gamma} \text{ und } \langle 11\bar{2}0 \rangle_{\gamma} \parallel [1\bar{1}0]_{\alpha_2} \dots \dots \dots (2.3) [13]$$

Abhängig von der Kühlrate können drei unterschiedliche Umwandlungen auftreten. Bei hohen Abkühlraten findet eine massive Umwandlung der α -Phase in γ statt, da diese Umwandlung keine großen Diffusionswege erfordert [8]. Bei sinkender Kühlrate kommt es zur Bildung von lamellarem γ in α . Die γ -Lamellen wachsen gemäß der Blackburn-Beziehung parallel zueinander in das α -Korn hinein. Die Dicke der Lamellen und deren Abstand ist diffusionsgesteuert und daher von der Abkühlgeschwindigkeit abhängig [14]. Bei einem weiteren Absinken der Kühlrate bildet sich globulares γ aus den verbleibenden metastabilen β -Bereichen, wie in Abbildung 2.6 c) erkennbar. Diese globularen Körner können bei längeren Haltezeiten oder möglichen Wärmebehandlungen vergrößern. Dasselbe gilt für die lamellar vorhandene γ -Phase [18]. Werden die γ -Lamellen zu breit, ist es für sie energetisch günstiger sich ebenfalls in globulares γ umzuformen. Die treibende Kraft hierfür ist die Minimierung der Grenzflächenenergie [13]. Bei einem weiteren Senken der Temperatur kommt es zu den sogenannten Ordnungsumwandlungen. Bei 1175 °C bis 1205 °C ordnet die krz β -Phase zu β_0 mit krz B2-Struktur. Anschließend wird zwischen 1160 °C und 1175 °C aus der vorhandenen α -Phase α_2 mit hdp DO_{19} -Struktur gebildet [15]. Bei einer nachfolgenden Stabilisierungsglühung oder Auslagerung kann es noch zur zellularen Reaktion kommen. Bei

dieser flächendominierten diskontinuierlichen Ausscheidung werden feinelamellare α_2/γ -Kolonien von den Grenzen aus in eine zelluläre Struktur aus α_2 , β_0 und γ überführt [13].

2.4 Erholung und Rekristallisation

Grundsätzlich handelt es sich bei Erholung und Rekristallisation um eine Entfestigung, die auf einen zuvor erfolgten Umformprozess folgt [29]. Die physikalischen Ursachen für dieses Phänomen sind die Versetzungen, die für die Festigkeitssteigerung bei plastischer Verformung verantwortlich sind. Bei einem nachfolgenden Glühprozess kommt es zur Umordnung und Auslöschung von Versetzungen und so zum Festigkeitsverlust. Grundsätzlich wird dabei zwischen statischen und dynamischen Prozessen unterschieden. Statische Erholung und auch Rekristallisation findet zeitlich nach einem Umformprozess statt. Dynamische Vorgänge finden hingegen während der Umformung statt [24].

Erholung ist ein thermisch aktivierter Vorgang mit dem Ziel die Versetzungsdichte sowie die Verzerrungsenergie zu minimieren. Bei Erhöhung der Temperatur wird dieser Prozess durch Quergleiten der Schraubenversetzungen und Klettern von Stufenversetzungen erreicht. Dadurch können die Versetzungen die Gleitebene wechseln und energetisch günstigere Positionen einnehmen. Diese Bewegungen führen zur Auslöschung von Versetzungen mit unterschiedlichem Vorzeichen, zur Abnahme der Versetzungsdichte und zur Bildung von Kleinwinkelkorngrenzen (KWKG) [24].

Das Ablaufen von Rekristallisationsprozessen hängt im Allgemeinen von der thermischen Aktivierung der Keimbildung und des Keimwachstums ab. Der Prozess beginnt mit der Initiation durch einen Keim, der eine niedrigere Energie aufweist als das umgebende Gefüge. Dieser Keim ist durch Großwinkelkorngrenzen (GWKG) von den benachbarten Körnern umgeben. Durch die Bewegung von GWKG wachsen diese Keime. Deren Geschwindigkeit ist abhängig von der Mobilität der GWKG und der treibenden Kraft. Die Mobilität wird vor allem von Ausscheidungen, wie z.B. TiB_2 , beziehungsweise der Präsenz einer zweiten Phase, beeinflusst. Die treibende Kraft ist wiederum von der Versetzungsdichte abhängig. Dadurch entstehen im Gefüge neue Körner, die eine geringere Versetzungsdichte und dadurch auch eine niedrigere Energie als die Körner des umgeformten Gefüges aufweisen [24,30]. Beim Abkühlvorgang, oder einer darauffolgenden Wärmebehandlung, kann es zur Bildung eines bimodalen Gefüges kommen. Grund ist die größere Triebkraft der rekristallisierten Körner sich zu vergrößern. Das hat zur Folge, dass größere Körner auf Kosten von kleineren Körnern wachsen [30,31]. Grobkörnige Gefüge sind aber schlecht für die Ermüdungsfestigkeit und daher in zyklisch beanspruchten Bauteilen unerwünscht. Daher wird versucht mit Hilfe von

Ausscheidungen und diffusionshemmenden Elementen die Mobilität der Korngrenzen zu senken [30,32].

Das Modell zur Beschreibung der dynamischen Rekristallisation in TiAl besagt, dass die Bildung von rekristallisierten Körnern abhängig von einer kritischen Umformspannung und Dehnung ist. Diese kritischen Parameter werden beeinflusst von den Umformbedingungen, wie Temperatur und Dehnrates. Der Anteil einer dynamisch rekristallisierten Mikrostruktur nimmt bei ansteigendem Umformgrad zu [33]. Aufgrund des hohen Umformgrades und der dadurch hohen Versetzungsdichte erholt das Material, indem es Subkörner bildet. Das Wachstum dieser Körner wird aber durch die hohe Dehnrates behindert. Erst nach Absenken der Umformgeschwindigkeit kann die Bildung rekristallisierter Körner beobachtet werden [29]. Zusammengefasst nimmt die Größe der rekristallisierten Körner mit steigender Temperatur und sinkender Dehnrates zu [34].

Bei den üblichen Umformprozessen von TiAl findet die Deformation im Dreiphasengebiet $\alpha+\beta+\gamma$ statt. Die vorhandene β -Phase kann die Korngrenzenkohäsion verstärken und wirkt während der Warmumformung als schmiermittelähnliche Schicht [35]. Auf diese Weise können Korngrenzen abgleiten, um Spannungskonzentrationen abzubauen, da die α - und die γ -Phase schlechter verformbar sind. Dadurch können große Dehnungen erreicht werden und gleichzeitig kann die Initiierung von kleinen Rissen vermieden werden [33,36]. Bei der Umformung in diesem Temperaturbereich kommt es aber auch zu einer starken Verformung der lamellaren Kolonien. Um diese Kolonien bildet sich daher feinkörniges rekristallisiertes γ [34,36]. Die dynamische Rekristallisation von γ beginnt mit der Bildung von Subkörnern. Dieser Bildung folgt eine Neuordnung der Subkorngrenzen mit dem Ziel neue Körner zu formieren [29]. Mit fallenden Temperaturen und zunehmender Dehnrates nimmt jedoch der Anteil rekristallisierter γ -Körner ab [37]. Ein weiterer Mechanismus, der bei der Verformung von lamellaren Kolonien eine Rolle spielt, ist die Zwillingsbildung. Diese kann vor allem in den γ -Lamellen beobachtet werden [34]. Die Phasen α und β erholen, im Gegensatz zur γ -Phase, vorwiegend, bevor sie bei ausreichendem Umformgrad zu rekristallisieren beginnen [37,38]. Die β -Phase erscheint im Zuge dessen bei schnellen Umformprozessen gestreckt, bei langsamer Umformung hingegen sphärisch [35,36]. Allgemein befindet sich das Gefüge nach dem Schmieden, bei anschließender schneller Abkühlung, in einem thermodynamisch metastabilen Zustand [39]. Die darin gespeicherte Deformationsenergie kann bei nachfolgenden Wärmebehandlungen ausgenutzt werden [3,40].

Ein wichtiger Einflussfaktor bei der Keimbildung und dem Keimwachstum rekristallisierter Körner nach Warmumformprozessen ist das Legierungselement Bor. Die gebildeten Titanboride werden bei der Umformung von einer linearen Form in kleine Fragmente überführt. Das bedeutet bei steigendem Umformgrad werden die Boride in immer kleinere

Stücke gebrochen, was zu einer Zunahme der Grenzfläche führt. Diese zusätzliche Fläche erleichtert die heterogene Keimbildung für Rekristallisation und hindert gleichzeitig die Bewegung der GWKG [41]. Dadurch sorgt das Bor für einen signifikanten Kornfeinungseffekt bei Warmumformprozessen [42].

2.5 Ermüdungsfestigkeit von TiAl

Ermüdung ist die Werkstoffschädigung unter einer wechselnden oder schwingenden Belastung. Bei einer schwingenden Beanspruchung von Bauteilen werden zyklische plastische Verformungen verursacht. Aufgrund der Verfestigung in diesen Bereichen kommt es zur Bildung von Rissen, die wachsen und schlussendlich zum Versagen führen [43]. Der Widerstand gegen Ermüdung, die Schwingfestigkeit, wird beeinflusst durch die Werkstoffart, den Werkstoffzustand, die Oberflächengüte, die Probengröße, die Belastungsart, die Temperatur, die Mittelspannung, die Eigenspannungen und lokale Spannungskonzentrationen. Abhängig davon liegt die Dauerfestigkeit im Allgemeinen bei ca. 70% der Zugfestigkeit [43]. Die Zugfestigkeit wiederum steht in einem festen Verhältnis zur Härte [43]. Für TiAl liegt die Dauerfestigkeit bei Raumtemperatur beim ca. 0,8-fachen der Zugfestigkeit. Bei Temperaturen unter 700 °C hat die Dauerfestigkeit Werte, die zumindest größer als das 0,7-fache der Zugfestigkeit sind [44].

Zur Beschreibung von Ermüdungsvorgängen in TiAl werden oft Untersuchungsergebnisse von synthetisch verzwilligten (poly-synthetically twinned/PST) Kristallen herangezogen. PST-Kristalle sind Materialien, die als Modell für das Verhalten von volllamellarem TiAl bei zyklischer Verformung gelten [45]. Untersuchungen haben aber gezeigt, dass die Erkenntnisse bezüglich der Verformungsmechanismen von PST-Kristallen auch für globulare γ -Gefüge gelten [46]. Die charakteristischen Verformungsmechanismen bei nahezu lamellaren Mikrostrukturen sind Versetzungsgleiten, Zwillingsbildung und die Ausbildung einer speziellen zellstrukturartigen Anordnung von Versetzungen („Venenstruktur“). Diese Mechanismen treten aber nie gleichzeitig auf [46]. Das Verhalten von TiAl bei zyklischer Belastung bei Raumtemperatur hängt deshalb stark vom Wert der Spannungsamplitude ab. Versetzungsgleiten tritt ausschließlich bei niedrigen Spannungsamplituden auf, während Zwillingsbildung vor allem bei hohen Spannungsamplituden auftritt. Die Ausbildung einer Venenstruktur kann bei mittleren Spannungsamplituden beobachtet werden [46]. Einen großen Einfluss auf die Schwingfestigkeit hat dabei die Mikrostruktur des Werkstoffs, insbesondere der Lamellenabstand und die Korngröße. Je feiner das Korn, desto fester wird das Material, aber auch bei sinkendem Lamellenabstand wird die Festigkeit erhöht. Gleichzeitig verursachen beide Phänomene eine Erhöhung der Bruchzähigkeit [19,24]. Auch

die Oberflächen-beschaffenheit hat einen Einfluss auf die Dauerfestigkeit von TiAl. Es ist eine große Minderung des Risswiderstandes zu erwarten, wenn das Material Oberflächenfehler, z.B. durch Bearbeitung, aufweist.[44,47]. Eine Möglichkeit das Material weniger empfindlich für Oberflächendefekte zu machen, ist das Einbringen von Druckeigenstressungen durch Kugelstrahlen oder andere Arten der Oberflächenbearbeitung. Bei Temperaturen über 600°C werden die Eigenstressungen jedoch abgesenkt und haben so keine Auswirkung mehr auf die Dauerfestigkeit [44]. Doch auch in diesem Fall wird die Ermüdungsfestigkeit durch Rekristallisation und die bleibende Verfestigung der Oberfläche positiv beeinflusst [48,49]. Die Schwingfestigkeit wird mit Hilfe des Wöhlerversuchs, dem grundlegenden technischen Ermüdungsversuch, ermittelt. Bei einem nicht ausgeprägten Abfall der Schwingfestigkeit ist diese nach einer Schwingzahl von 10^6 - 10^7 erreicht. Beim Versuch werden ungekerbte, polierte Proben mit einer gleichbleibenden, sinusförmigen Belastung geprüft, bis sie versagen. Abhängig von der Art der Belastung wird dabei die Zug-, Druck-, Torsions- oder Biegedauerfestigkeit gemessen [43]. Charakteristisch für TiAl ist eine flache Wöhlerkurve, ohne einen ausgeprägten Abfall der Schwingfestigkeit [50].

Der Ermüdungsvorgang der Rissbildung erfolgt in den drei Stadien: Rissinitiation, stabiler Rissfortschritt und instabiler Restbruch [43,51]. Unter der Rissentstehung wird die Bewegung einer Versetzung in einem Gleitband mit darauffolgender Werkstofftrennung verstanden. Diese Gleitbänder entstehen bevorzugt an Stellen lokaler Spannungsüberhöhung und die Werkstofftrennung erfolgt dabei schubspannungsgesteuert an der Oberfläche [43,52]. Aus den Mikrorissen durch die Versetzungsbewegung entsteht ein wachstumsfähiger Riss, wenn er die Dimension der Korngröße erreicht hat. Dieser Makroriss wächst anschließend normal zur Belastungsrichtung [43,53]. Der Werkstoff selbst wirkt der Rissausbreitung im Sinne der linear elastischen Bruchmechanik entgegen. Ein Maß für den Widerstand des Werkstoffes gegen Rissausbreitung ist die zyklische Spannungsintensität ΔK [53]. Bei rissaufweitender Beanspruchung handelt es sich um eine Belastung erster Art und damit ΔK_I . Das Bruchkriterium, welches angibt wann es zu einem instabilen Fortschreiten des Risses, und somit zum Restbruch kommt, lautet:

$$\Delta K_I \geq \Delta K_{IC} \dots\dots\dots (3.1)[54]$$

Dabei ist ΔK_{IC} der kritische Spannungsintensitätsfaktor, der folgendermaßen berechnet wird:

$$\Delta K_{IC} = \Delta \sigma_c \times Y \times \sqrt{\pi \times a_c} \dots\dots\dots (3.2)[53]$$

Überschreitet der Wert der zyklischen Spannungsintensität, durch Wachstum des Risses auf die kritische Länge a_c , den des kritischen Spannungsintensitätsfaktors kommt es zum Bauteilversagen [53]. Der Risswiderstand ist aber in den meisten Fällen abhängig vom Rissfortschritt und kann daher mit der Risswiderstandskurve (R-Kurve) beschrieben

werden [53]. In Ref. [55] wurden R-Kurven für leicht unterschiedliche Mikrostrukturen einer TNM-Legierung untersucht. Dabei wurden bei Raumtemperatur $K_{I,MAX}$ -Werte zwischen $11,8 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ und $13,9 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ermittelt. Bei 700 °C waren es Werte zwischen $13,6 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ und $18,7 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ [55].

3 Methodik und experimentelle Durchführung

Im folgenden Kapitel wird die Herstellung der Legierungen und die Umformung der Ausgangsmaterialien bis zum Bauteil beschrieben. Auch auf die anschließende Probenherstellung und die angewendeten Untersuchungsmethoden wird hier eingegangen.

3.1 Herstellung der Legierung

Die untersuchte TNM-B1 Legierung wurde bei der Firma Gfe Metalle und Materialien GmbH in Nürnberg, Deutschland, hergestellt. Bei dem untersuchten Material handelt es sich um die Legierung TNM-B1, die über eine neue Herstellroute erzeugt wurde. Beim üblichen Herstellprozess werden die Stäbe über mehrmaliges Umschmelzen in einem Vakuum-Lichtbogenofen (vacuum arc reactor/VAR) erzeugt. Dieser Prozess ist in Abbildung 3.1 schematisch dargestellt. Nach dem Aufschmelzen wird das Material in stabförmigen Kokillen abgegossen, die während des Prozesses rotieren.

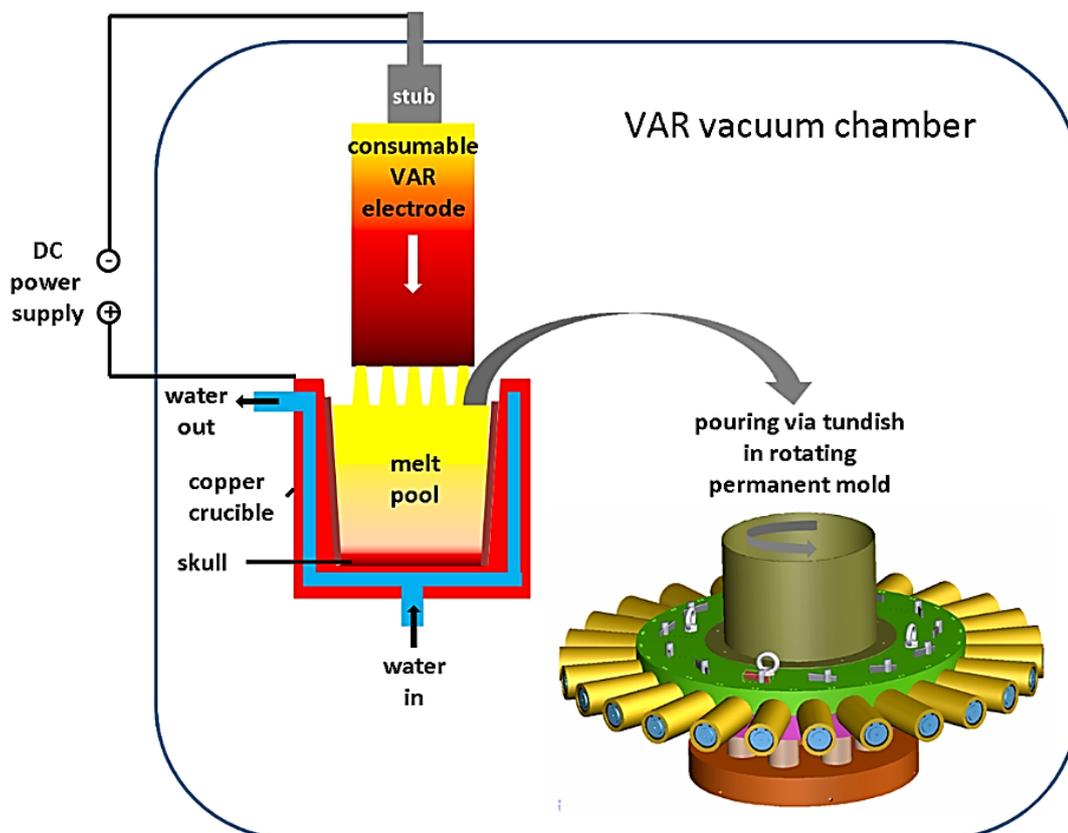


Abbildung 3.1: Schematische Darstellung der Herstellung der Ingots über das Aufschmelzen im VAR und folgendem Abgießen in rotierenden Permanentformen [3].

Bei diesem Gießprozess fällt eine große Menge an hochwertigen Schrotten im Gussrad an. Diese Stelle ist in Abbildung 3.2, einer Aufnahme von einem Abguss, rot gekennzeichnet. Bei der neuen Herstellroute kommen eben diese Schrotte zum Einsatz.

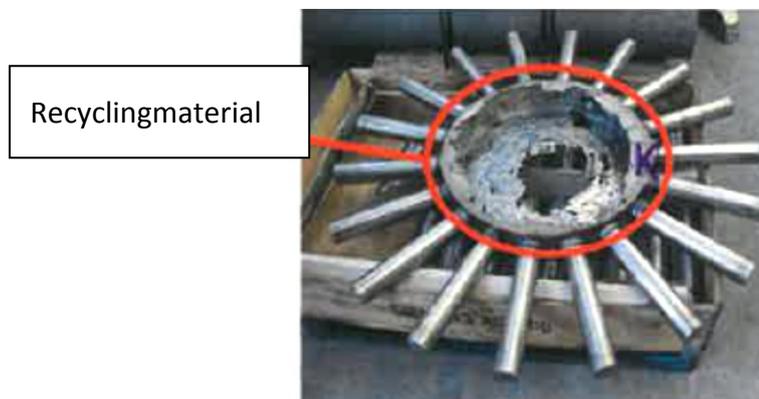


Abbildung 3.2: Aufnahme des abgegossenen Vormaterials nach der Herstellung der Legierung über die herkömmliche VAR-Route.

Bei der neuen Herstellroute wird die Legierung im Kaltwandinduktionstiegelofen (vacuum induction melting skull melter/VIM SM) erschmolzen. In Abbildung 3.3 ist eine schematische Darstellung dieses Ofens zu sehen. Für den Prozess wird das Recyclingmaterial mit einer zusätzlichen Zugabe von Aluminium in einen wassergekühlten Kupfer-Tiegel gegeben. Nach der Evakuierung der Kammer auf weniger als 0,1 mbar werden die Legierungselemente in diesem Tiegel induktiv aufgeschmolzen. Aufgrund der Wasserkühlung des Kupfer-Tiegels entsteht am Rand des Tiegels eine schützende Schicht aus erstarrtem TiAl, auch Skull genannt [56].

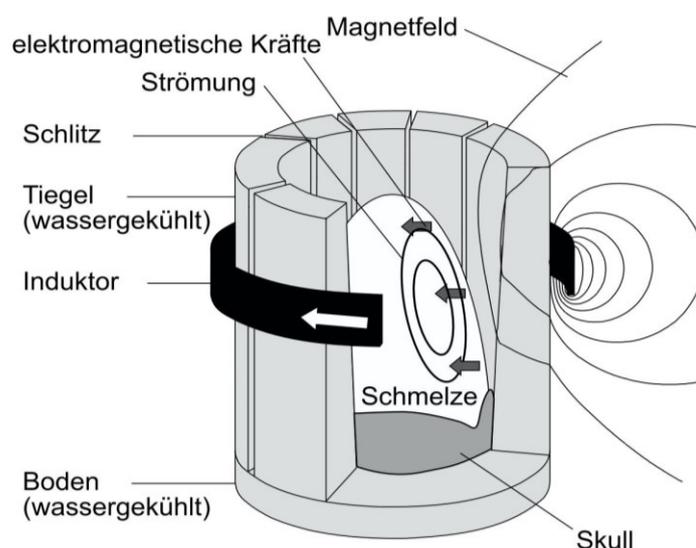


Abbildung 3.3: Schematische Darstellung eines Kaltwandinduktionstiegelofens (VIM) der zur Herstellung der untersuchten TiAl-Stäbe verwendet wurde [57].

Das große Schmelzbad, das bei diesem Prozess vorhanden ist, ist vorteilhaft für eine gute Homogenisierung der Schmelze. Zusätzlich wird die Gefahr Ti-reicher Einschlüsse, die im VAR Prozess unter Umständen auftreten können, eliminiert. Durch die ausreichende Überhitzung der Schmelze kann das vollständige Aufschmelzen der Charge gewährleistet werden. Nach dem Schmelzen aller Legierungselemente wird der Tiegel gekippt und die Schmelze wird, mit Hilfe des Schleudergusses, siehe Schleuderrad in Abbildung 3.1, abgegossen. Die dafür verwendeten Edelstahlkokillen bestimmen die Geometrie und auch die Erstarrungsstruktur der Stäbe. Bei den in dieser Arbeit untersuchten Materialien handelt es sich um zylindrische Gussstäbe mit einem Durchmesser von 80 mm und einer Länge von 400 mm. Alle gelieferten Chargen wurden nach dem Abguss auf ihre genaue chemische Zusammensetzung untersucht. Dafür wurde eine Probe vom äußeren Ende des Stabes am Gussrad abgenommen. Die Ergebnisse dieser Untersuchungen sind in Tabelle 3.1 zusammengefasst.

Tabelle 3.1: Chemische Zusammensetzung der TNM-B1 Stäbe aus der VIM Route. Angaben in at%.

Lieferung	Charge	Ti	Al	Nb	Mo	B
1	181099R1	51,73	43,03	4,10	1,04	0,092
1	187468R1	51,35	43,39	4,14	1,02	0,099
1	173021A3	51,50	43,25	4,14	1,02	0,096
1	187468R7	51,18	43,66	4,05	1,01	0,091
1	187468R11	51,22	43,62	4,06	1,02	0,091
2	189524R8	50,92	43,92	4,05	1,02	0,090
2	191369R2	51,27	43,54	4,06	1,02	0,110
2	191369R8	51,30	43,53	4,06	1,01	0,099
2	192107R7	51,08	43,72	4,07	1,03	0,099
2	191369R16	51,18	43,66	4,04	1,02	0,100

Im Vergleich mit den Sollwerten aus Tabelle 2.1 fallen geringe Abweichungen im Bereich von wenigen Zehntelprozent auf. Diese Differenzen haben im Normalfall keinen Einfluss auf den Erstarrungspfad.

Um die herstellungsbedingte Erstarrungsporosität der Stäbe, die vor allem in randnahen Bereichen vorkommt, zu beseitigen, werden diese im Anschluss heißisostatisch gepresst (HIP) [58]. Dabei werden die produzierten Stäbe unter einer inerten Atmosphäre bei einer Temperatur von 1200 °C unter einem Druck von 200 MPa vier Stunden lang gepresst [14,18]. Dabei kann der Werkstoff kriechen und gleichzeitig liegen keinerlei Bereiche des Materials in flüssiger Form vor. Während des HIP-Prozesses verschmelzen die Wände der Poren und werden so geschlossen [59]. Gleichzeitig wird aber auch die Mikrostruktur der Stäbe verändert. Nach dem Gießen befindet sich das Gefüge aufgrund der schnellen Abkühlgeschwindigkeit in einem metastabilen Zustand. Wie bereits in Kapitel 2.3 beschrieben, bildet sich ein Gefüge bestehend aus übersättigtem α_2 mit sehr feinen γ -Lamellen aus. Dieses Gefüge wird als Gussgefüge bezeichnet. Beim HIPen werden aus den übersättigten Körnern der α_2 -Phase aufgrund des Ungleichgewichts lamellare α_2/γ -Kolonien gebildet. Die treibende Kraft, verursacht durch das thermodynamische Ungleichgewicht, führt zu einer Vergrößerung der Lamellen. Haben diese eine bestimmte Dicke erreicht, beginnen sich die γ -Lamellen einzuformen und bilden dabei globulare γ -Phase [60]. Dieser Zustand wird im Folgenden als Guss/HIP-Zustand bezeichnet.

3.2 Umformung zu Rohlingen

Die Guss/HIP-Stäbe der VIM SM Route mit einer Länge von 400 mm werden für den Umformprozess in Teile mit einer Länge von ca. 120 mm zertrennt. Da die anschließende Umformung an Luft stattfindet, werden die kurzen Stäbe mit Hilfe einer 3 mm starken Edelstahlkanne vor der Atmosphäre geschützt. Da TiAl, wenn es mit Eisen in Kontakt kommt, eine niederschmelzende Phase bildet, muss eine Schutzschicht zwischen dem Stab und der Kanne vorhanden sein [61]. Zur Anwendung kommt hier eine 0,5 mm starke Molybdänfolie, die als Diffusionsbarriere dient. In Abbildung 3.4 sind die einzelnen Umformstufen und Bearbeitungsschritte des untersuchten Prozesses (VIM SM) im Vergleich mit den Stufen des aktuellen Serienfertigungsprozesses (VAR) dargestellt. Bei dem eingekanteten Stab der VAR Route wird in den Boden der Kanne ein Loch eingebracht, um einen regulierten Abbau des Überdrucks bei der Umformung zu gewährleisten. In Abbildung 3.4 ist erkennbar, dass dies bei der VIM SM Route nicht der Fall ist.

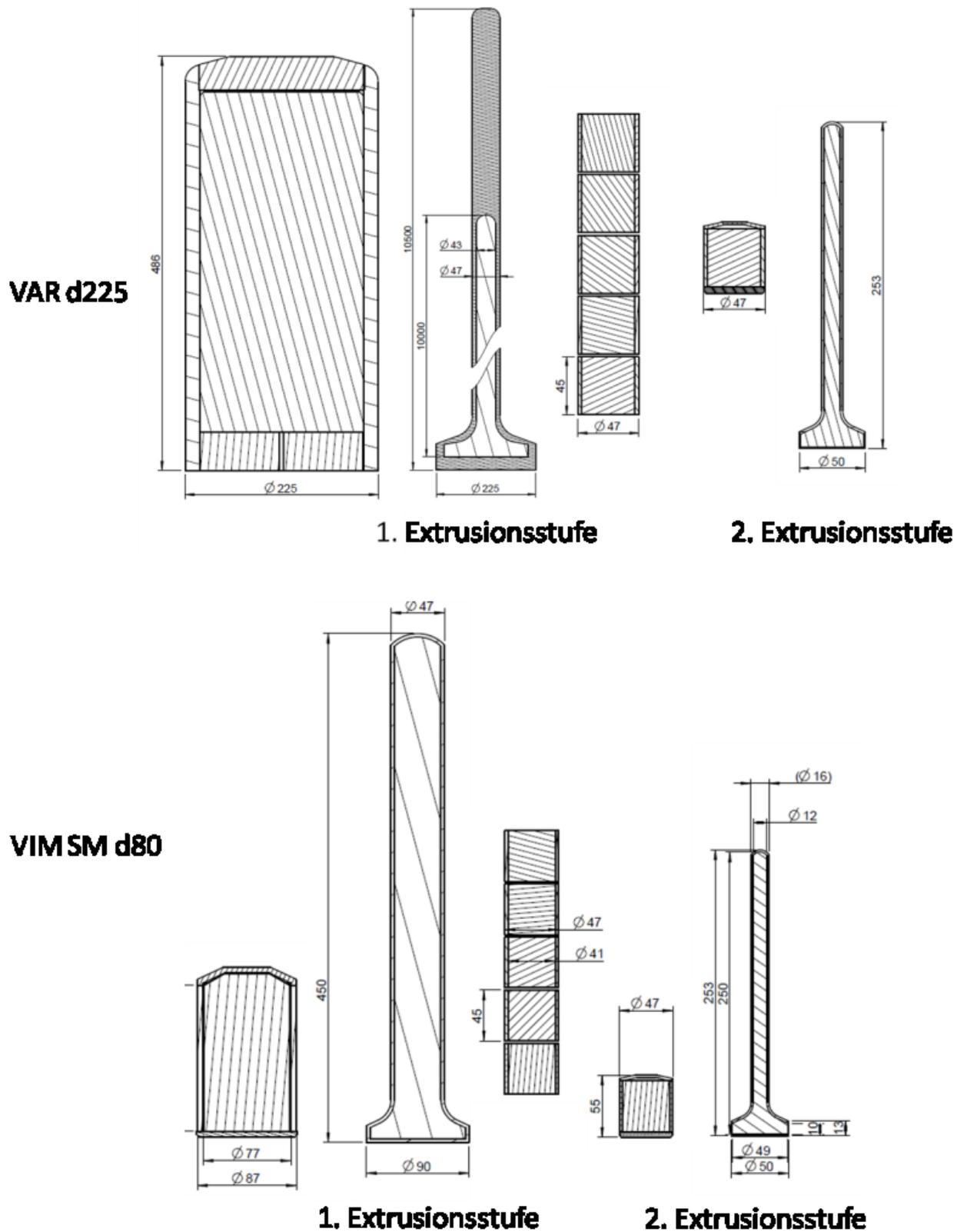


Abbildung 3.4: Übersicht der Umform- und Bearbeitungsstufen des untersuchten Prozesses im Vergleich mit dem aktuellen Serienfertigungsprozess [62].

Beim aktuell angewendeten Serienprozess, der im oberen Abschnitt von Abbildung 3.4 dargestellt ist, werden die Ingots im VAR mit einem Durchmesser von 225 mm produziert. Anschließend werden diese Blöcke bei der Firma Special Metals Ltd. in Hereford, Vereinigtes Königreich umgeformt. Dabei wird der Stab auf 1200 °C erwärmt und ca. 45-360 min auf dieser Temperatur gehalten, um eine Durchwärmung zu gewährleisten. Die Extrusion erster Stufe auf einen Durchmesser von 46 mm erfolgt dort mit einer Umformgeschwindigkeit von ca. 17 mm/s. Dabei kommt ein spezielles Glasschmiermittel zum Einsatz, das genau auf den Prozess abgestimmt ist. Anschließend wird das extrudierte Material in Zylinder mit einer Länge von 45 mm zerteilt. Um diese beim nächsten Umformprozess ebenfalls vor der Atmosphäre zu schützen, werden die Zylinder auf der Ober- und Unterseite zugedeckelt und verschweißt. Die Extrusion zweiter Stufe findet im Werk in Großbodungen bei der Firma MW Racing Märkisches Werk GmbH statt. Dabei werden die Zylinder auf eine Temperatur von 1250 °C erhitzt und 6 min auf dieser Temperatur gehalten. Anschließend werden sie mit einer Umformgeschwindigkeit von 50 mm/s auf einen Durchmesser von 14 mm extrudiert, der später den Schaftbereich des Ventils darstellt. Dabei wird der spätere Tellerbereich auf einen Durchmesser von 50 mm gestaucht. Bei diesem Umformschritt wird ein auf den Prozess abgestimmtes Graphitschmiermittel verwendet.

Bei der untersuchten Herstellroute über den VIM SM haben die abgegossenen Stäbe einen Durchmesser von 80 mm. Dieser Prozess ist in der unteren Bildhälfte von Abbildung 3.4 dargestellt. Mit der Mo-Folie und der Edelstahlkanne kommen sie auf einen Durchmesser von 87 mm. Im Gegensatz zur aktuellen Herstellroute erfolgen beide Extrusionsstufen im Werk Großbodungen der Firma MWR. Für die Extrusion erster Stufe werden die eingekanteten Stäbe auf 1250 °C aufgeheizt und auf dieser Temperatur gehalten, bis die Temperatur im ganzen Stab konstant ist. Anschließend werden die Stäbe unter Anwendung eines Glasschmiermittels mit einer Umformgeschwindigkeit von 10 mm/s auf einen Durchmesser von 47 mm extrudiert. Dieser Stab wird anschließend, wie im zuvor beschriebenen Prozess, in Segmente mit einer Länge von 45 mm getrennt. Diese Zylinder werden ebenfalls erneut verschlossen, indem an der Ober- und Unterseite Edelstahlronden angeschweißt werden. Im Anschluss erfolgt der zweite Extrusionsschritt, bei dem die Zylinder erneut auf eine Temperatur von 1250 °C erwärmt werden. Unter Zuhilfenahme eines Graphitschmiermittels werden die Zylinder mit einer Umformgeschwindigkeit von 50 mm/s zu Rohlingen mit denselben Abmessungen, wie im zuvor beschriebenen Prozess oben, umgeformt. Die genauen Maße der Umformstufen beider Prozesse sind in Abbildung 3.4 ersichtlich.

Bei beiden Routen erfahren die Rohlinge einen hohen Umformgrad und weisen deshalb ein feines Gefüge auf. Zu beachten ist, dass der Teller weniger umgeformt wird als der Schaft.

Das bedeutet, dass auch das Gefüge des Tellers weniger fein ist als das Gefüge im Schaft. Im Hals kommt es daher zu einem kontinuierlichen Übergang zwischen den beiden leicht unterschiedlichen Mikrostrukturen. Der Umformgrad, der auch als logarithmische Formänderung bezeichnet wird, ist ein wichtiger Parameter bei Umformprozessen und wird nach Formel 3.1 berechnet.

$$\varphi_r = \int_{r_0}^{r_1} \frac{r}{dr} = \ln \frac{r_1}{r_0} \dots\dots\dots (3.1)$$

Dabei steht φ_r für den Umformgrad in radialer Richtung, da das Material in dieser Dimension die größte Umformung erfährt. Beim Vergleich der Umformgrade der beiden Routen ist erkennbar, dass der aktuelle Serienfertigungsprozess über die VAR Route, aufgrund des größeren Verhältnisses zwischen Ausgangsradius (r_0) und Endradius (r_1), auch einen höheren Umformgrad aufweist (siehe Tabelle 3.2).

Tabelle 3.2: Vergleich der unterschiedlichen Umformgrade der beiden Prozessrouten berechnet nach Formel 3.1.

Prozessroute	Teller	Schaft	Verhältnis r_0/r_1
VAR d225	-1,5	-2,8	15,8
VIM SM d80	-0,6	-1,9	6,4

Der Schaft des VAR d225 Prozesses weist den höchsten Umformgrad mit einem Wert von -2,8 auf. Der Teller wurde nur einmal umgeformt und hat daher mit -1,5 einen geringeren Umformgrad. Dasselbe gilt für das Material aus dem VIM SM d80 Prozess. Der Schaft der eine zweifache Umformung erfährt hat einen Umformgrad von -1,9. Der Teller weist aufgrund der einfachen Umformung nur einen Umformgrad von -0,6 auf. Die fertig umgeformten Rohlinge werden anschließend auf einem Glimmerbett langsam abgekühlt.

3.3 Wärmebehandlung

Um die Eigenspannungen, die aufgrund der Umformung in das Material eingebracht wurden, zu beseitigen, werden die fertigen Rohlinge wärmebehandelt. Dabei rekristallisiert zumindest das Gefüge im Schaft vollständig und baut im Zuge dessen auch alle Eigenspannungen ab. Die Rohlinge werden eine Stunde lang bei einer Temperatur von 1050 °C spannungsarm gegläht. Um diese Temperatur nicht zu überschreiten, und somit unerwünschte Gefügeveränderungen zu verhindern, werden die Rohlinge 15 Minuten lang auf 900 °C gehalten. Anschließend wird die Zieltemperatur von 1050 °C mit einer Heizrate

von 5-15 °C/min angenähert. Bei der Wärmebehandlungstemperatur befindet sich das Material im Dreiphasengebiet, wie in Abbildung 2.4 zu sehen ist. Nach der Haltezeit wird der Ofen ohne Kühlung unter anhaltender Argonspülung auf eine Temperatur von 150 °C gebracht. Dieser Abkühlprozess dauert ca. acht Stunden, wodurch das Entstehen von neuen Eigenspannungen ausgeschlossen wird.

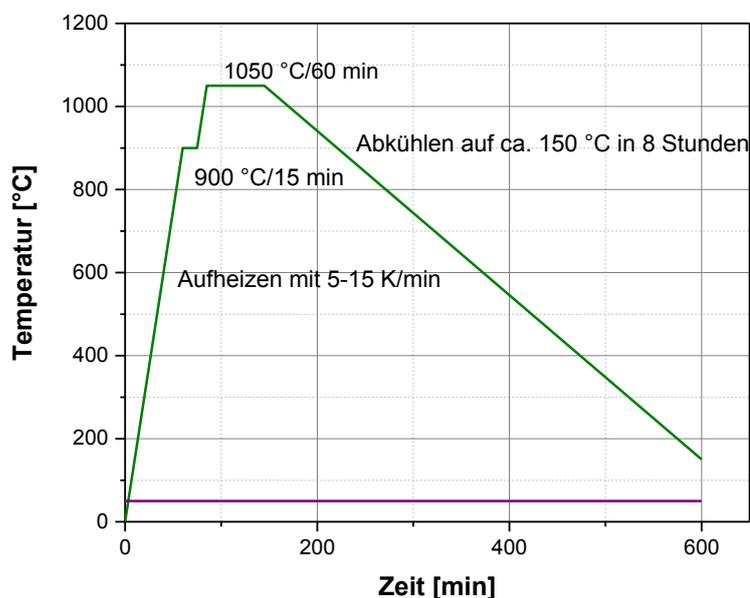


Abbildung 3.5: Schematische Darstellung des Temperatur-Zeit-Verlaufs der durchgeführten Wärmebehandlung der TNM-Rohlinge.

3.4 Probenherstellung

Im folgenden Unterkapitel wird die Herstellung der Proben zur Gefügecharakterisierung beschrieben. Dafür waren mehrere Schritte notwendig.

3.4.1 Mechanische Präparation

Es wurden Proben in allen Umformstadien mikroskopisch untersucht. Das bedeutet es wurden Proben des Guss/HIP-Zustands, Proben nach der Extrusion erster Stufe und Proben nach der Extrusion zweiter Stufe untersucht. Diese verschiedenen Zustände wurden, abhängig von ihrer Größe, in einem Trennschneider (AbrasiMatic der Firma Bühler) oder einem Präzisionstrennschneider (ATM Brillant 221) zerschnitten. Anschließend wurden kleine Proben mit Hilfe einer Warmeinbettpresse (Citopress 20 der Firma Struers) in einer leitfähigen Einbettmasse (ProbeMet der Firma Bühler) eingebettet. Darauf folgte die Präparation der Probenoberfläche mit Hilfe von Nassschleifen mit Siliziumcarbidpapier (SiC-Papier). Dafür wurden die Proben auf einem Schleif- und Polierautomaten vom Typ TegraPol 31 der Firma Struers mit SiC-Papieren mit den Körnungen 320, 500, 800, 1000, 2000 und

4000 (in dieser Reihenfolge) geschliffen. Anschließend wurden die Proben noch mit Hilfe von Poliertüchern und Diamantpasten poliert bis die Probenoberflächen kratzerfrei waren. Sehr große Proben des Guss/HIP-Stabes wurden nur bis zur Körnung 2000 präpariert, da die Probengröße bei der Präparation mit kleineren Körnungen problematisch ist.

3.4.2 Ätzen der Proben

Nach dem Schleifen wurden die Proben geätzt, um das Gefüge mikroskopisch untersuchen zu können. Dafür wurden im Zuge dieser Arbeit zwei unterschiedliche Verfahren angewendet.

Zur Darstellung des Gussgefüges wurden die Proben im Guss/HIP-Zustand makrogeätzt. Die dafür verwendete Ätzlösung nach Kroll setzte sich aus 15 Volumenanteilen Wasser, 5 Anteilen Salpetersäure und 1 Anteil Flußsäure zusammen. Die Proben wurden ca. 7 Sekunden in diese Lösung eingetaucht und anschließend gründlich mit Wasser und Isopropanol gereinigt. Mit dieser Vorgangsweise wurden zufriedenstellende Ergebnisse erreicht.

Alle anderen Proben wurden nach der manuellen Präparation elektrolytisch poliert, um eine Oberfläche zu erhalten, die weder Defekte noch Einflüsse durch mechanische Oberflächenbearbeitung aufweist. Der dafür verwendete Elektrolyt vom Typ A3 der Firma Struers setzt sich aus Methanol, 2-Butoxyl-Ethanol, einem organischen Lösungsmittel und Perchlorsäure zusammen. Die Proben wurden mit einem elektrolytischen Poliergerät LectroPol 5 der Firma Struers poliert. Das Polieren erfolgte bei einer Elektrolyttemperatur von 18 °C, bei einer Spannung von 36 V, für eine Dauer von 25 Sekunden [63]. Die Flussrate wurde beim Gerät auf den Wert 11 eingestellt. Für rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen wurden Proben mit dieser Oberfläche herangezogen. Für eine Gefügecharakterisierung im Lichtmikroskop (LIMI) wurden die Proben zusätzlich noch nach Ence Margolin elektrolytisch farbgeätzt [64]. Der Elektrolyt setzt sich aus destilliertem Wasser, Ethanol, Milchsäure, Phosphorsäure, Zitronensäure und Oxalsäure zusammen. Er wird ebenfalls auf 18 °C hinunter gekühlt. Anschließend wird die Probe mit einer Spannung von 39 V ca. 5-6 Sekunden lang geätzt. Die Flussrate des Geräts wurde ebenfalls auf den Wert 11 eingestellt. Bei erfolgreicher Ätzung hat die Probenoberfläche eine gleichmäßig blaue Färbung angenommen.

3.5 Untersuchungsmethoden zur Gefügecharakterisierung

Die Gefüge der verschiedenen Probenzustände wurden nach der Präparation mit Hilfe mehrerer Methoden untersucht. Diese werden im folgenden Kapitel näher beschrieben.

3.5.1 Lichtmikroskopie

Für die lichtmikroskopischen Aufnahmen wurde ein Mikroskop vom Typ Axio Imager M1 der Firma Zeiss mit einer AxioCamMRC5 Kamera verwendet. Die meisten Proben, die im LIM1 untersucht wurden, wiesen eine elektrolytisch farbgeätzte Oberfläche auf. Das Verfahren der Farbätzung wurde bereit in Kapitel 3.4.2 genau beschrieben. Nach dem elektrolytischen Ätzen wurden alle Proben gründlich mit Isopropanol gereinigt. Auch die nach Kroll geätzten Proben des Guss/HIP-Zustands wurden teilweise im LIM1 untersucht. Dafür wurden auch diese Proben gründlich mit Isopropanol gereinigt.

3.5.2 Stereomikroskopie

Zur übersichtlichen Betrachtung der Bruchflächen der geprüften Biegeumlaufproben wurde ein Stereomikroskop vom Typ Discovery V20 mit einer AxioCam MRC5 Kamera und der Software AxioVision 4.8.2 verwendet. Dieses Mikroskop besitzt einen kontinuierlichen Zoom im Bereich zwischen 4,7-facher bis 90-facher Vergrößerung. Das Gerät ist wegen der Vergrößerung und aufgrund der hohen Tiefenschärfe sehr gut für eine grundlegende Analyse von Bruchflächen und Probenoberflächen geeignet.

3.5.3 Rasterelektronenmikroskopie

Um bei einzelnen Gefügebestandteilen einen besseren Kontrast zu erzielen, kam bei einem Teil der Proben das Rasterelektronenmikroskop (REM) zum Einsatz. Es wurde ein Gerät vom Typ EVO 50 der Firma Zeiss verwendet. Dieses REM besitzt eine LaB₆-Kathode und arbeitet mit einer Beschleunigungsspannung von 15 kV. Dabei erzielt es im Idealfall eine Auflösung von bis zu 2 nm. Es wurden Aufnahmen in zwei unterschiedlichen Kontrasten angefertigt. Bei diesen zwei Kontrasten handelt es sich um den Rückstreuelektronenkontrast und um den Sekundärelektronenkontrast. Bei Gefügeuntersuchungen im REM wurden die geschliffenen und elektrolytisch polierten Proben untersucht. Diese Aufnahmen wurden mit Hilfe des Rückstreuelektronendetektors (Back Scattered Electron Detector, BSD) aufgenommen. Der Kontrast in diesem Betriebsmodus entsteht, weil schwere Elemente die Elektronen leichter streuen als leichte Elemente. Das führt dazu, dass Elemente mit einer höheren Ordnungszahl heller erscheinen und Elemente mit einer niedrigen Ordnungszahl dunkel kontrastiert sind. Diese Art des Kontrasts wird daher auch oft als Z-Kontrast bezeichnet, wobei Z für die

Ordnungszahl steht [65]. Für die Analyse der Bruchflächen im REM wurde der Sekundärelektronendetektor (SED) verwendet. Da Sekundärelektronen aufgrund ihrer niedrigen Energie nur aus den obersten Oberflächenschichten emittiert werden eignet sich dieser Kontrast gut zur Darstellung der Oberflächentopographie [66]. Dieser Kontrast wurde daher für die genaue Betrachtung von Bruchflächen herangezogen.

Neben den Untersuchungen des Gefüges der Proben und der Bruchflächen der Biegeumlaufproben wurden einzelne Gefügebestandteile zusätzlich mit Hilfe energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX) untersucht. Die Messung wurde mit der EDX-Einheit vom Typ INCA Dry Cool der Firma Oxford Instruments durchgeführt. Dabei wird die charakteristische Strahlung, die nach der Anregung der Elektronen ausgesendet wird, gemessen. Mit Hilfe dieser charakteristischen Strahlung kann die Zusammensetzung der unterschiedlichen Phasen identifiziert werden. Zusätzlich kann damit auch die Verteilung einzelner Legierungselemente auf die verschiedenen Gefügebestandteile beurteilt werden.

3.6 Härteprüfung

Zusätzlich zu den Gefügeuntersuchungen wurden im Zuge der Arbeit auch alle Proben härtegeprüft. Dabei wurde ein Gerät vom Typ M4C O25 G3M der Firma Emco-Test, Österreich, verwendet. Dieses Gerät erlaubt es die Härteeindrücke noch am Gerät zu vermessen. Gemessen wurde die Härte HV10 mit einer Prüflast von 98,10 N für eine Zeit von 15 Sekunden. Bei den Proben des Guss/HIP-Zustands und nach der Extrusion erster Stufe wurde die Härte nach der Norm DIN EN ISO 6507-1 ermittelt. Dafür wurden jeweils fünf Härteeindrücke in ausreichendem Abstand zueinander und zum Probenrand vermessen. Aus diesen Werten wurde der Mittelwert und zusätzlich der Standardfehler der Mittelwertes berechnet. Bei den untersuchten Rohlingen wurden hingegen Härteverläufe entlang der Achse erstellt. Dabei wurden 15 Punkte zwischen Tellerboden und Schaftende gemessen. Diese Härteverläufe wurden anschließend graphisch dargestellt. Bei wenig schwankenden Verläufen wurden aus diesen auch ein Mittelwert und der Standardfehler berechnet.

3.7 Mechanische Prüfverfahren

Neben der Charakterisierung des Gefüges wurde das Material auch einer mechanischen Prüfung unterzogen. Es wurden Biegeumlaufversuche bei Raumtemperatur und Zugversuche bei Raumtemperatur sowie bei 600 °C, 700 °C und 800 °C durchgeführt.

3.7.1 Biegeumlaufprüfung

Um das Material möglichst einsatznahe zu charakterisieren wurde eine Biegeumlaufprüfung durchgeführt. Dafür wurden Proben des Schaftes und des Tellers hergestellt. Die Schaftproben wurden durch zweistufige Extrusion hergestellt und ihr Gefüge entspricht somit dem der realen Ventilschäfte. Die Tellerproben wurden aus dem Material nach der ersten Extrusionsstufe durch Drahterodieren herausgearbeitet. Um dem Gefüge der realen Teller nahezukommen, wurden die Proben einer Wärmebehandlung mit denselben Parametern der zweiten Umformstufe unterzogen. Deren Gefüge entspricht anschließend in etwa dem der Ventilteller. Darauf folgte die Probenfertigung mit Hilfe einer Drehmaschine. Die Oberflächen der fertigen Proben wurden nach dem Drehen noch geschliffen und poliert um einen Einfluss der Oberflächenqualität auf die Ermüdungsfestigkeit gering zu halten. Die Geometrie der Proben, die in Abbildung 3.6 zu sehen ist, entspricht der Norm DIN 50113:1982-03.



Abbildung 3.6: Biegeumlaufprobe (BUP) nach DIN 50113:1982-03.

Die Proben wurden anschließend mit einem Gerät vom Typ Pun Z der Firma Schenck geprüft (Abbildung 3.7 b)). Der schematische Aufbau des Gerätes ist in Abbildung 3.7 a) dargestellt. Eine mechanische Waage ermöglicht es, die Proben mit einer konstanten Biegebelastung zwischen 0 und 1850 MPa zu belasten.

Mit Hilfe von Gewichten, die auf einem eingebauten Balken mit einer eingezeichneten Längenskala platziert werden, wird der beabsichtigte Belastungsfall eingestellt. Die Position dieser Gewichte wird mit der Formel 3.2 berechnet.

$$l = \frac{\sigma_b \times \pi \times d^3}{32 \times M \times g} \dots\dots\dots (3.2)$$

Die Länge l errechnet sich aus der Umformung des Widerstandsmoments und des angestrebten Biegemoments. In die Länge gehen die Biegespannung σ_b , die Masse M der Gewichte sowie der Durchmesser d der Proben ein. Ist die errechnete Länge länger als der Balken, wird ein zusätzliches Gewicht am Ende des Balkens befestigt. Dafür wird eine spezifische Länge von der errechneten abgezogen.

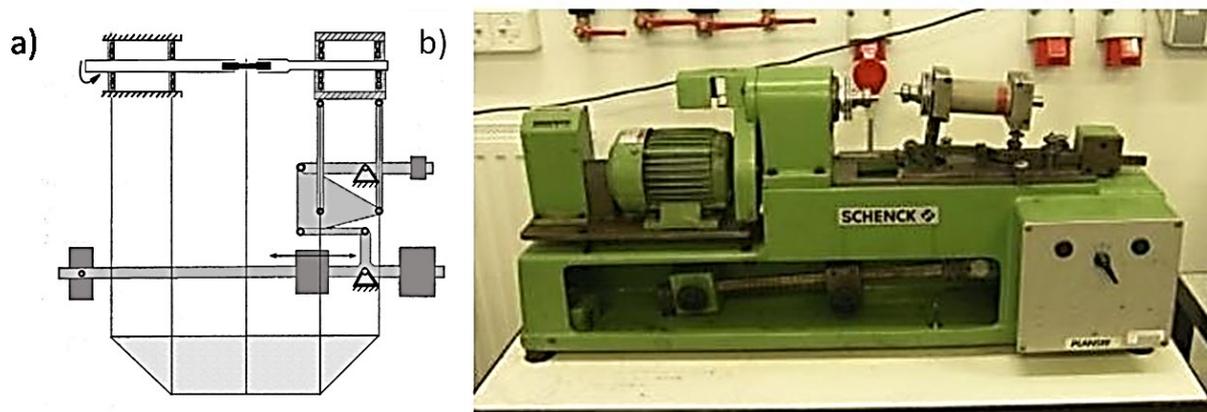


Abbildung 3.7: a) Schematische Darstellung der Biegeumlaufprüfmaschine mit Momentenverlauf bei Belastung; b) Aufnahme des verwendeten Geräts für die Biegeumlaufprüfung der Teller- und Schaftproben.

Für die Prüfung werden die Proben in die hochpräzise Einspannvorrichtung eingebaut. Diese Vorrichtung besitzt eine H6 Passung, die nur ein Spiel von $6 \mu\text{m}$ erlaubt. Diese Präzision ist notwendig, um unverfälschte Werte messen zu können, da bei einer zu ungenauen Einspannung zusätzliche Spannungen eingebracht werden würden. Nach dem Einspannen werden die Proben bei unterschiedlichen Spannungen geprüft. Dafür wird eine Prüffrequenz von 100 Hz gewählt. Die gewählte Frequenz bewirkt keine zu starke Erwärmung und kann somit keine Änderung des Gefügestands hervorrufen. Die Proben werden auf diese Art und Weise bis zum Versagen oder dem Erreichen des festgelegten Grenzwertes geprüft.

3.7.2 Zugversuche

Auch für die Zugversuche wurden Teller- und Schaftproben hergestellt. Bei den Proben handelte es sich um Zugproben B40x20 nach der Norm DIN 50125. Der Durchmesser in der Messlänge beträgt dabei 4 mm und die Messlänge 20 mm. In Abbildung 3.8 a) ist eine solche Zugprobe abgebildet. Die Schaftproben wurden, wie schon für die Biegeumlaufprüfung, mit Hilfe der zweistufigen Extrusion produziert und danach mit einer Drehmaschine herausgearbeitet. Sie entsprechen so dem Zustand der Schäfte in den realen Ventilen. Für die Simulation des Tellers wurden aus den Teilstücken des Materials nach der ersten Extrusionsstufe die Zugproben herangerodiert. Diese Proben wurden anschließend wärmebehandelt, um die zweite Extrusionsstufe zu simulieren. Die Tellerproben wurden danach ebenfalls mit einer Drehmaschine in ihre Endgeometrie überführt. Die Oberfläche der Proben wurde nach dem Drehen nicht weiter behandelt, wie in Abbildung 3.8 b) erkennbar ist.

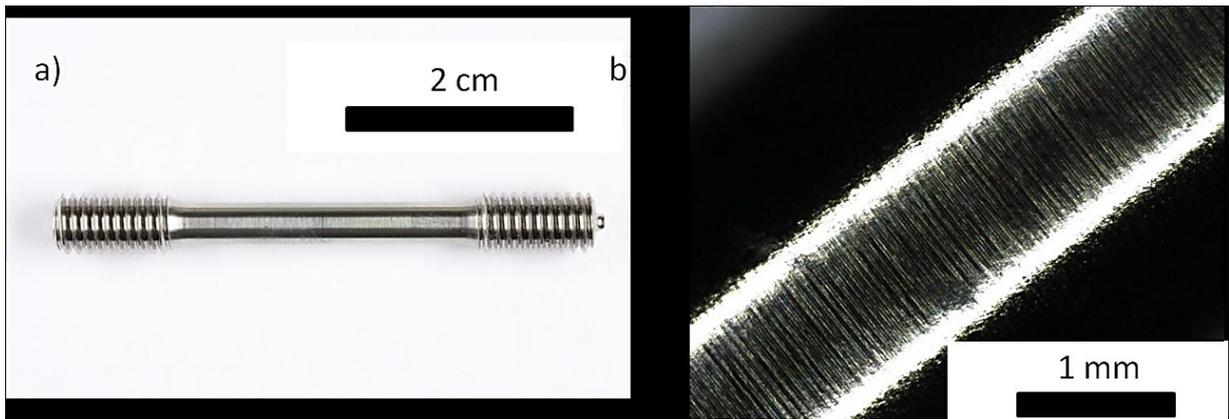


Abbildung 3.8: a) Zugprobe B40x20 nach DIN 50125; b) Detailaufnahme der Oberfläche der Zugproben.

Die Prüfung der Zugproben wurde bei der Firma GfE Fremat GmbH in Freiberg, Deutschland, durchgeführt. Dafür wurde eine Zugprüfmaschine vom Typ AGG100 der Firma Shimadzu verwendet. Die Proben wurden bei Raumtemperatur, 600 °C, 700 °C und 800 °C geprüft. Dabei wurden die 0,2%-Dehngrenze ($R_{p0,2}$), die Zugfestigkeit (R_m) und die Bruchdehnung (A) ermittelt. Die Anfangsdehnrates betrug dabei jeweils $1,8 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

4 Ergebnisse und Diskussion

Im folgenden Kapitel werden die Ergebnisse der durchgeführten Untersuchungen beschrieben und analysiert. Als erstes werden die Mikrostrukturuntersuchungen der verschiedenen Materialzustände zusammengefasst. Dabei handelt es sich um den Guss/HIP-Zustand, den Zustand nach der ersten Extrusionsstufe und den Zustand nach zweiten Extrusionsstufe. Danach erfolgt die Beschreibung der Untersuchungsergebnisse der mechanischen Prüfung. Dazu gehören die Messwerte der durchgeführten Biegeumlaufprüfung und der Zugprüfung. Zusätzlich wird zu Zwecken der Vollständigkeit auch auf Bruchzähigkeitsmessungen eines vorangegangenen Forschungsprojekts eingegangen. Abschließend werden die ermittelten Härtewerte mit den mechanischen Messwerten in Verbindung gebracht, um einen möglichen Zusammenhang herzustellen. In Abbildung 4.1 sind die unterschiedlichen Geometrien der verwendeten Proben maßstabsgetreu dargestellt. Eine vollständige Liste aller geprüften Proben befindet sich in Anhang A.

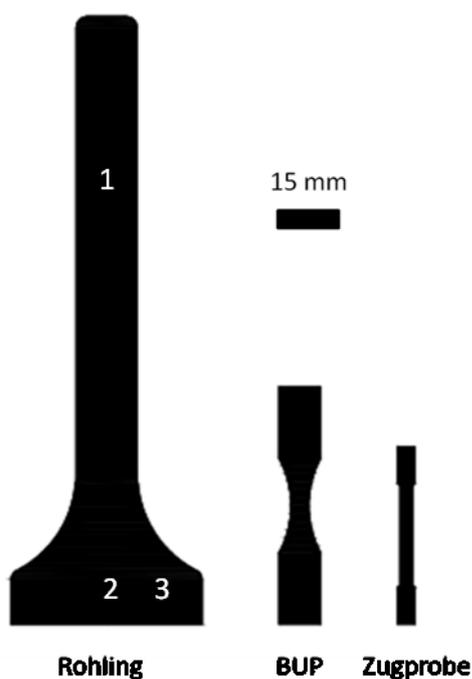


Abbildung 4.1: Maßstäbliche Skizze der untersuchten Probengeometrien.

4.1 Guss/HIP-Zustand

Die Präparation der Proben wurde bereits in Kapitel 3.4 beschrieben. Für die grundlegende Gefügeuntersuchung des Guss/HIP-Zustands wurden von den Stäben mehrere Teilstücke mittels Drahterodieren abgetrennt. Die Grundcharakterisierung des Guss/HIP-Zustands

wurde bei zwei unterschiedlichen Gusschargen durchgeführt. Dabei wurde jeweils eine aus jeder der zwei Lieferungen herangezogen. Es handelt sich dabei um die Charge 173021A3 und die Charge 191369R16. Die genaue chemische Zusammensetzung der beiden Chargen ist in Tabelle 3.1 angegeben. Das Hauptaugenmerk wurde bei der Untersuchung auf die Homogenität der Stäbe und auf die Identifizierung möglicher unerwünschter nichtmetallischer Einschlüsse gelegt. Auch mögliche Unterschiede zwischen den beiden Lieferungen sollten ermittelt werden. Der Schnittplan für die entnommenen Teile ist in Abbildung 4.2 dargestellt. Im Folgenden wird zuerst auf die Untersuchung der Mittensegmente KM und MF eingegangen.

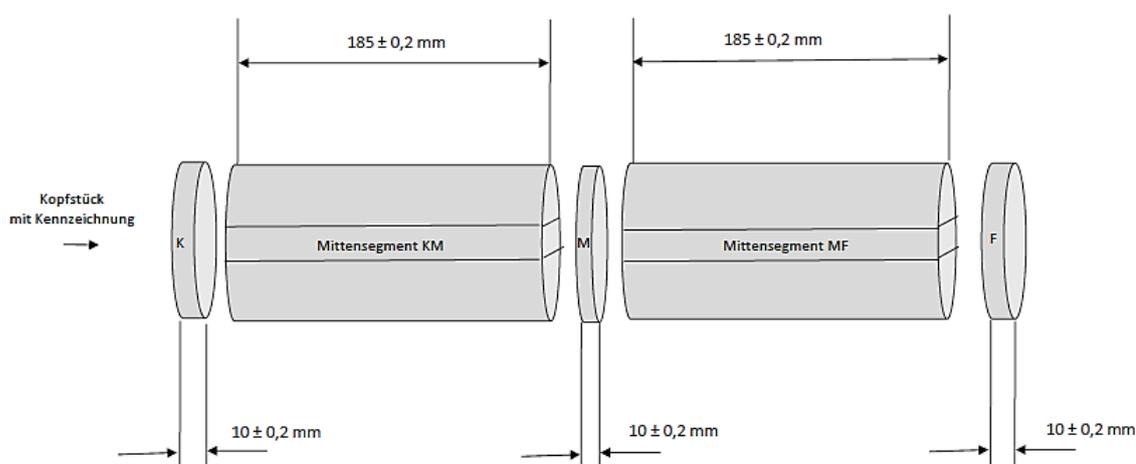


Abbildung 4.2: Maßstäbliche Skizze der entnommenen Proben der untersuchten Guss/HIP-Stäbe [62]. Der Durchmesser der Stäbe beträgt 80 mm.

4.1.1 Mittensegmente des Guss/HIP-Stabes

Für einen ersten Überblick über das Gefüge wurden die Mittensegmente nach Kroll geätzt, um die Gussstruktur makroskopisch beurteilen zu können. Der Fokus bei dieser Untersuchung lag dabei vor allem auf der Beurteilung der mikrostrukturellen Homogenität der Proben. Dafür wurden die Proben, um ein besseres Handling zu ermöglichen, gedrittelt. Aufgrund der Größe konnten diese Proben, wie in Kapitel 3.4 bereits erwähnt, nur bis zur Körnung 2000 präpariert werden. Die präparierten Proben wurden danach mit Hilfe einer Spiegelreflexkamera vom Typ D 7000 der Firma Nikon fotografiert. Auf diese Art und Weise erfolgte die makroskopische Beurteilung des Gefüges. Die Aufnahmen der geätzten Oberflächen aller Mittensegmente der beiden untersuchten Guss/HIP-Stäbe sind in Abbildung 4.3 zusammengefasst.

Guss/HIP Stab Charge 173021A3**Guss HIP Stab Charge 191369R16**

6 cm

Abbildung 4.3: Fotografische Aufnahmen der Oberflächen der Mittensegmente KM und MF der Guss/HIP-Stäbe der beiden untersuchten Chargen nach der Ätzung nach Kroll.

Bei der makroskopischen Beurteilung der Aufnahmen von den Oberflächen der Mittensegmente fallen in nahezu allen Teilen dunkle Bereiche auf. Vor allem in den Segmenten der Charge 191369R16 sind diese Bereiche im Zentrum der Platten entlang der Stabachse gut erkennbar. Doch auch bei der anderen Charge sind derartige Bereiche mit freiem Auge festgestellt worden. Diese dunklen Bereiche weisen auf eine inhomogene Verteilung von Gefügebestandteilen hin. Sie wurden daher im LIM1 näher untersucht. In Abbildung 4.4 sind exemplarische LIM1-Aufnahmen der verschiedenen Bereiche ersichtlich.

In Abbildung 4.4 a) ist exemplarisch ein homogener Bereich dargestellt. Dieses homogene Gussgefüge herrscht im Großteil der untersuchten Mittensegmente vor. Bei genauerer Betrachtung der dunklen Flecken konnten zwei unterschiedliche Beobachtungen gemacht werden. In Abbildung 4.4 b) ist eine Art dieser Unregelmäßigkeiten erkennbar. Es handelt sich um nestartige, schwarz kontrastierte Gefügebestandteile, die von einer Matrix von dunkler kontrastiertem Gefüge umgeben sind. Diese Nester konnten in beiden Chargen an mehreren Stellen festgestellt werden. Das in Abbildung 4.4 b) abgebildete Nest hat eine Größe von über 1000 μm . Diese Größe ist jedoch eine Ausnahme, denn die meisten dieser

Nester haben eine Größe von ca. 500 μm . Neben diesen Nestern konnte eine zweite Art von Unregelmäßigkeit im Gefüge identifiziert werden.

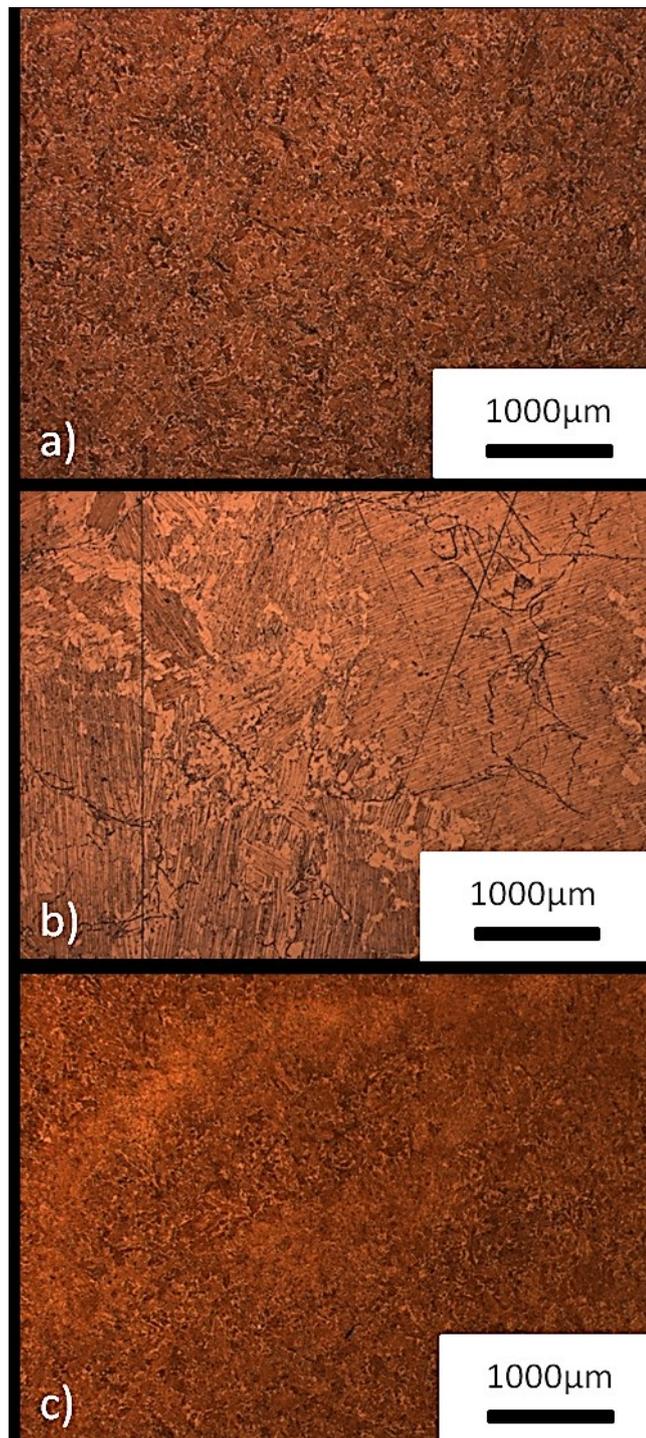


Abbildung 4.4: LIM1 Aufnahmen der Mittensegmente nach der Ätzung nach Kroll. a) homogener Bereich; b) nestartiger Gefügebestandteil; c) inhomogener Bereich.

In Abbildung 4.4 c) ist ein solcher inhomogener Bereich dargestellt. Dabei handelt es sich um dunkler kontrastierte Bereiche, die das Material entlang der Achse durchziehen. Oft sind in

deren Nähe auch hellere Bereiche, wie auch in Abbildung 4.4 c) erkennbar. Da eine makroskopische Beurteilung des Gefüges zur Identifizierung dieser Bereiche nicht ausreichend war, wurden die Proben zur mikroskopischen Beurteilung erneut mechanisch präpariert und anschließend elektrolytisch poliert und nach Ence Margolin farbgeätzt, wie in Kapitel 3.4 beschrieben. Die Aufnahmen sind in Abbildung 4.5 zusammengefasst.

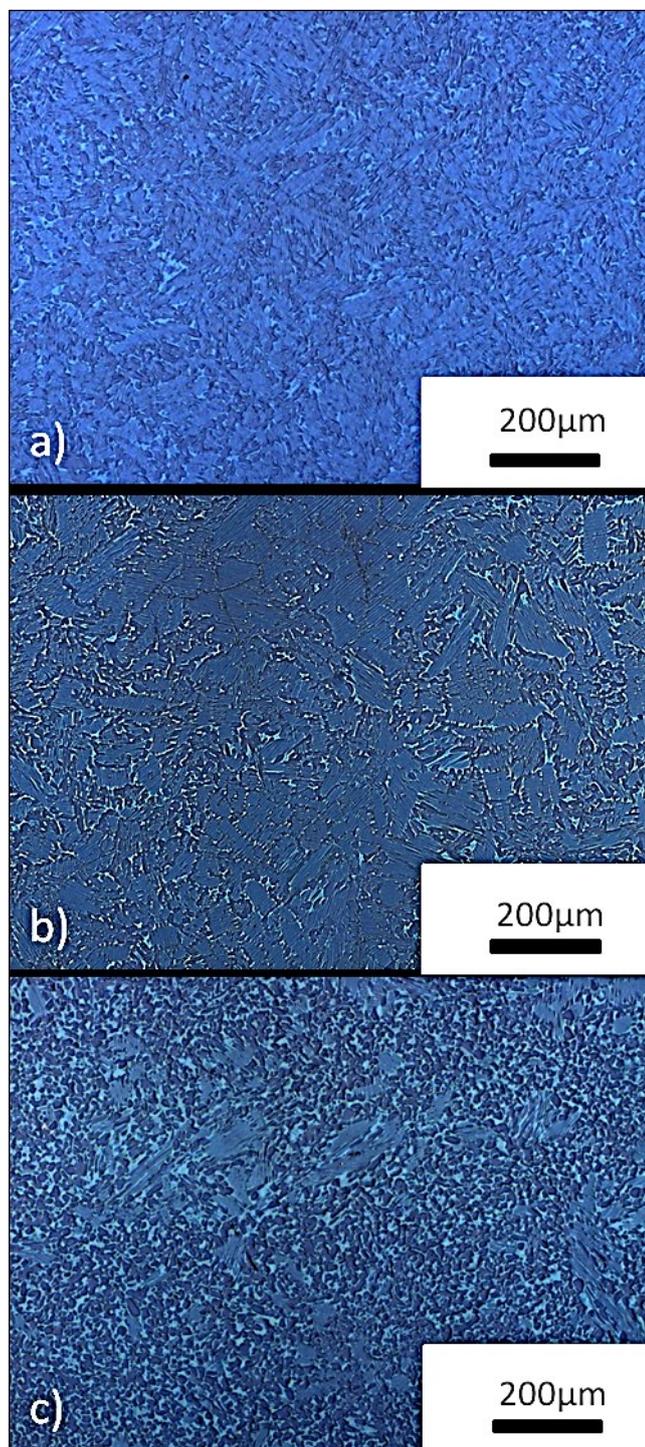


Abbildung 4.5: LIMi Aufnahmen der Mittelsegmente nach dem elektrolytischen Ätzen nach Ence Margolin. a) homogener Bereich; b) nestartiger Gefügebestandteil; c) inhomogener Bereich.

In Abbildung 4.5 a) ist wieder ein homogener Bereich der Mittensegmente dargestellt. Nach der Ätzung sind die einzelnen Gefügebestandteile erkennbar. Bei dem hier erkennbaren Gefüge handelt es sich um lamellare α_2/γ -Kolonien, umgeben von globularem γ . Zwischen diesen Gefügebestandteilen befindet sich die geordnete β_o -Phase, die bei dieser Ätzung als helle Phase erkennbar ist. Die Entstehung dieser Mikrostruktur wurde bereits in Kapitel 2.3 beschrieben. Dieses Gefüge des Guss/HIP-Zustands entspricht auch den Erwartungen von den Märkischen Werken Racing. In Abbildung 4.5 b) ist ein nestartiger Gefügebestandteil dargestellt, wie er schon bei der Ätzung nach Kroll aufgefallen ist. Bei der Ätzung nach Ence Margolin erscheint der Gefügebestandteil ebenfalls als schwarze Linie. Das umgebende Gefüge ist deutlich dunkler als das Gefüge in Abbildung 4.5 a). Das bedeutet, dass der Anteil an β_o -Phase deutlich geringer ist als im homogenen Gefüge. Dieses nestartige Gebilde entspricht keinem der erwarteten Gefügebestandteile. Daher wurden weitere Untersuchungen im REM durchgeführt. In Abbildung 4.5 c) ist wiederum ein inhomogener Bereich der Mittensegmente dargestellt. Die Bereiche, die bei der Makroätzung dunkel waren, konnten bei der Ätzung nach Ence Margolin ebenfalls festgestellt werden. Es handelt sich dabei um Bereiche mit einem erhöhten Anteil an globularem γ , wie es in Abbildung 4.5 c) zu sehen ist. Vereinzelt konnten auch Bereiche mit einem lokal erhöhten Anteil an lamellaren Kolonien festgestellt werden. Markant ist, dass bei beiden Fällen der Anteil von β_o im Gefüge niedriger ist als in den homogenen Bereichen. Auch diese inhomogenen Bereiche wurden nach der lichtmikroskopischen Betrachtung im REM weiter untersucht. Die Aufnahmen sind in Abbildung 4.6 zusammengefasst.

In Abbildung 4.6 c) ist ein inhomogener Bereich des Gefüges zu sehen, der im BSD-Modus dunkler erscheint als das umgebende homogene Gefüge. Wie in Kapitel 3.5 bereits erwähnt, erscheinen schwerere Elemente im BSD-Modus hell, während leichtere Elemente einen dunklen Kontrast aufweisen. Die β_o -Phase erscheint daher fast weiß. Der dunkle Kontrast ist demnach ein Hinweis auf einen niedrigeren Anteil an β_o in diesem Bereich. Das stimmt mit den Erkenntnissen der lichtmikroskopischen Untersuchungen überein. Auch die nestartigen Gefügebestandteile konnten im REM festgestellt werden. Im Rückstreuелеktronenkontrast zeichnet sich die Linie als helle Phase, umgeben von einer dunkel kontrastierten Matrix, ab.

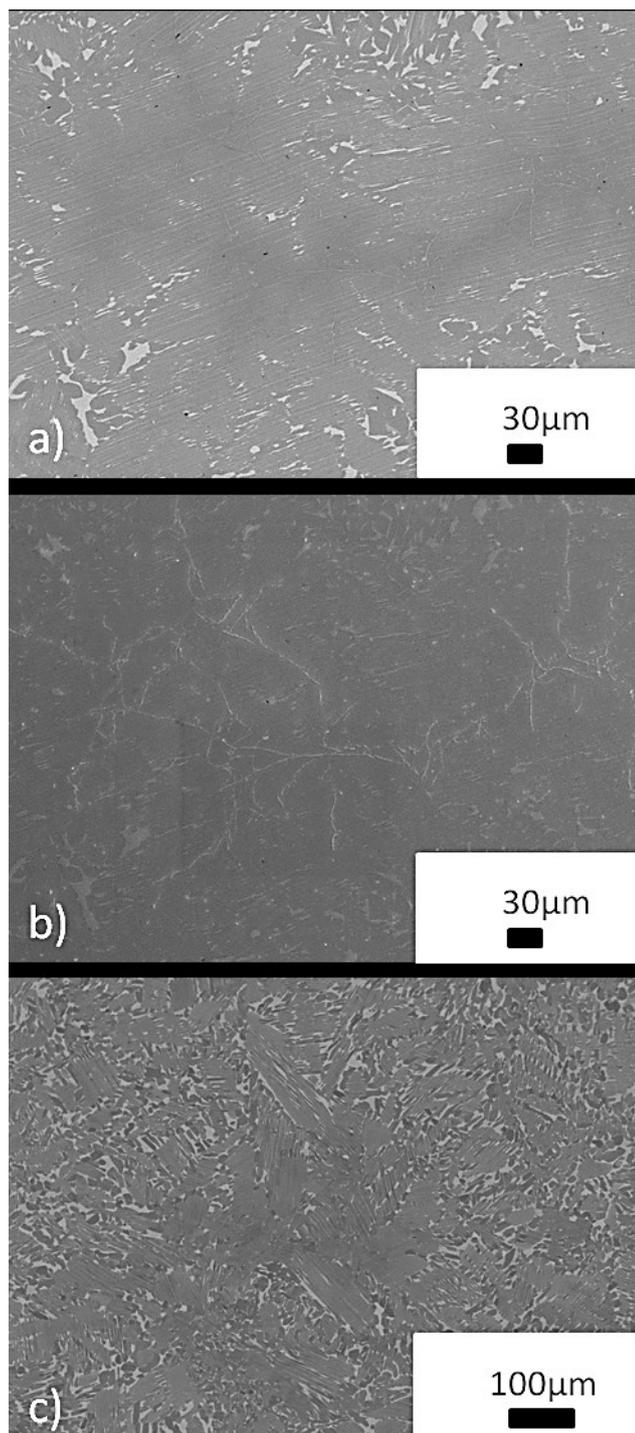


Abbildung 4.6: REM Aufnahmen der Mittensegmente nach elektrolytischem Polieren. a) BSD Aufnahme eines nestartigen Gefügebestandteils; b) SED Aufnahme eines nestartigen Gefügebestandteils; c) BSD Aufnahme einer Inhomogenität.

In Abbildung 4.6 a) ist ersichtlich, dass das Gefüge um das Nest herum an β_0 verarmt ist. Dies bestätigen die Beobachtungen im LIM. In Abbildung 4.6 b) ist eine Aufnahme derselben Stelle im Sekundärelektronenkontrast zu sehen. Das nestartige Gebilde hebt sich in diesem Kontrast als deutlich hellere Linie ab. Das bedeutet, dass die Oberfläche dieser Stelle etwas

höher liegt. Das nestartige Gebilde wird somit bei der mechanischen Präparation schlechter abgetragen, als das umgebende Gefüge und ist daher wahrscheinlich härter. Zur Identifizierung des nestartigen Gefügebestandteils wurde eine chemische Analyse mit Hilfe der EDX-Einheit durchgeführt. Die Ergebnisse sind in Abbildung 4.7 dargestellt.

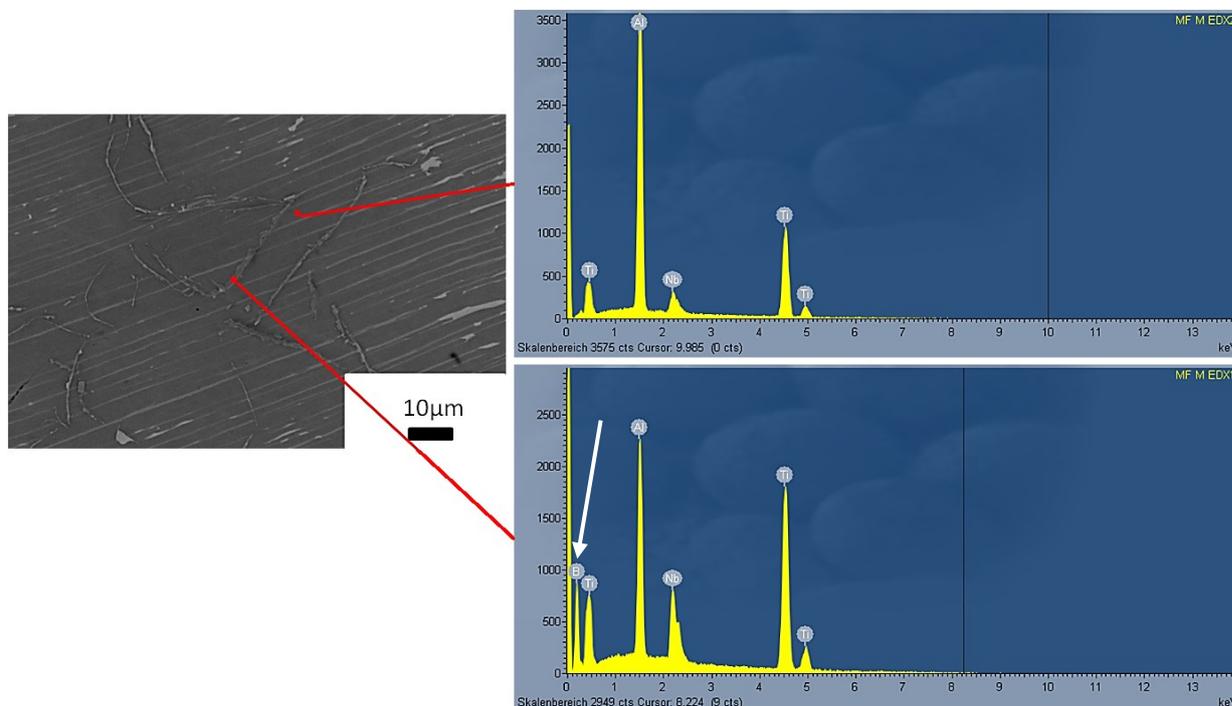


Abbildung 4.7: Qualitative chemische Analyse unterschiedlicher Bereiche im Gefüge mit Hilfe von EDX. Der zusätzliche Bor-Peak im unteren Spektrum ist durch einen Pfeil gekennzeichnet.

Es wurden zwei Bereiche im Gefüge mit Hilfe von EDX untersucht. Das obere Spektrum in Abbildung 4.7 wurde in der homogenen Matrix aufgenommen. Dabei wurden nur die zu erwartenden Legierungselemente ermittelt. Das untere Spektrum wurde in einem etwas breiteren Bereich eines nestartigen Gefügebestandteils aufgenommen. Der Unterschied zwischen den beiden Analysen ist deutlich erkennbar. Im unteren Spektrum ist ein Bor-Peak erkennbar, der in der Matrix nicht ermittelt werden konnte. Das bedeutet, dass es sich bei den nestartigen Gebilden, die in nahezu allen Bereichen des Guss/HIP-Stabes ermittelt werden konnten, um Boride handeln muss. Das würde auch den schlechteren Abtrag bei der mechanischen Präparation erklären, da die Boride härter sind als das Grundgefüge.

Die Härte wurde in jedem der Teilstücke an vier Positionen mit HV10 geprüft. Die Messpositionen befanden sich in regelmäßigem Abstand auf der Länge des Durchmessers. Die Ergebnisse sind in Tabelle 4.1 ersichtlich. Dabei konnten in den meisten Teilstücken keine großen Schwankungen festgestellt werden. Abweichungen über die Länge des Durchmessers, aufgrund der Inhomogenitäten im Zentrum, sind nicht aufgefallen. Daher

wurden aus den Messwerten die gemittelte Härte und die Standardabweichung aller Segmente berechnet.

Tabelle 4.1: Gemittelte Härte (HV10) und Standardabweichung der Mittensegmente beider Lieferungen.

Lieferung	KMK	KM	KMM	MFM	MF	MFF
1	342±5	339±5	339±6	345±4	344±4	343±6
2	347±7	340±2	333±9	341±7	341±5	347±5

4.1.2 Scheiben des Guss/HIP-Stabes

Nach der mikrostrukturellen Charakterisierung der Mittensegmente des Guss/HIP-Stabes folgte die Untersuchung der Scheiben. Von beiden untersuchten Gusschargen wurden jeweils drei Scheiben (K, M und F), wie in Abbildung 4.2 skizziert, abgetrennt. Die Scheiben wurden anschließend halbiert, um das Gefüge entlang des Durchmessers untersuchen zu können. Die Schnittflächen wurden danach mechanisch präpariert, elektrolytisch poliert und nach Ence Margolin farbgeätzt, wie in Kapitel 3.4 beschrieben. Die farbgeätzten Proben wurden im Anschluss im LIMi untersucht. Die exemplarischen Aufnahmen beider Lieferungen sind in Abbildung 4.8 ersichtlich.

Das Gefüge der Scheiben entspricht dem der zuvor untersuchten Mittensegmente. Im überwiegenden Teil des Materials ist ein homogenes dreiphasiges Gefüge ohne Einschlüsse erkennbar. In Abbildung 4.8 a) ist eine exemplarische Aufnahme eines solchen Bereichs dargestellt. Doch auch in den Scheiben konnten Unregelmäßigkeiten festgestellt werden. In den Proben M und F konnten in beiden Lieferungen Boride festgestellt werden. In der Mitte von Abbildung 4.8 b) ist so ein Borid zu sehen. Das Borid ist auch in diesem Fall von einer dunklen Matrix mit reduziertem Anteil von β_o , umgeben. In dieser Aufnahme erscheint das Borid, anders als in Abbildung 4.5 b), nicht mehr als zusammenhängende Ausscheidung. Wie zuvor in den Mittensegmenten konnten die Boride in der Nähe der Achse des Stabes identifiziert werden.

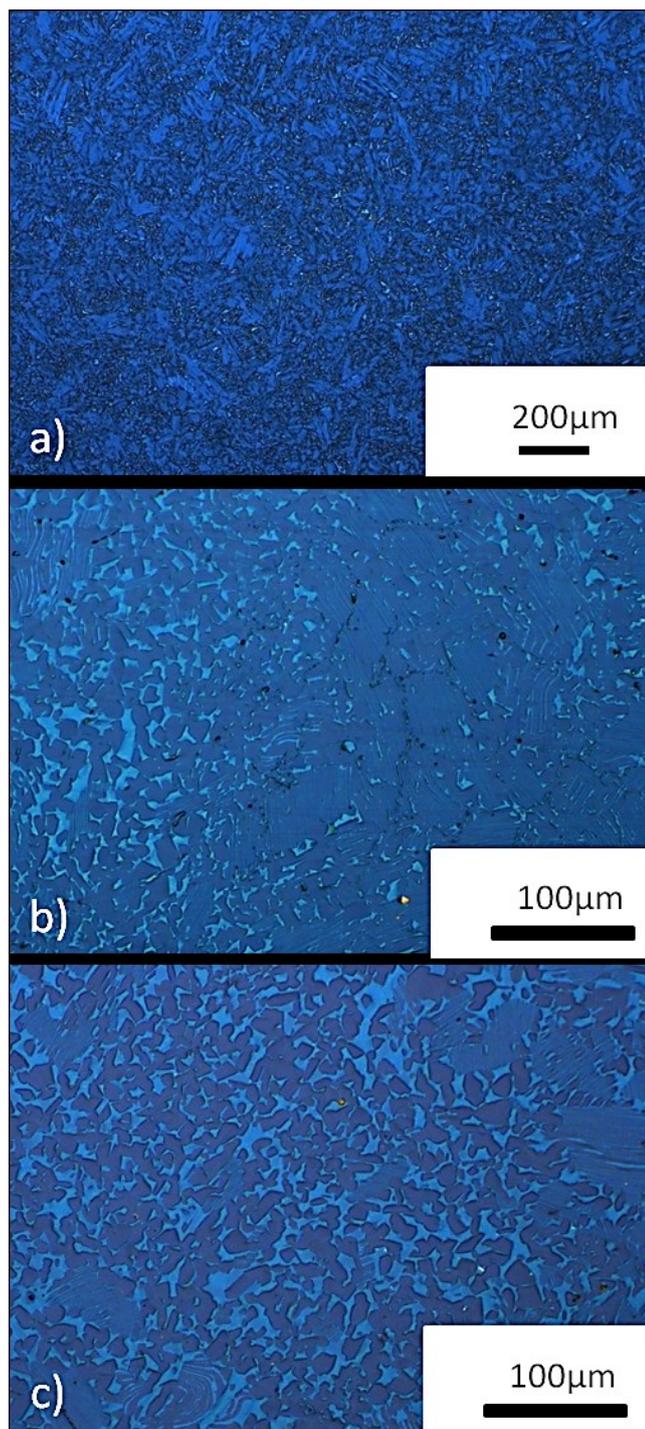


Abbildung 4.8: LIMi Aufnahmen der Scheiben nach dem elektrolytischen Ätzen nach Ence Margolin. a) homogener Bereich; b) nestartiger Gefügebestandteil; c) inhomogener Bereich.

Dasselbe gilt für inhomogene Bereiche mit einem niedrigen Anteil an β_o -Phase. In Abbildung 4.8 c) ist ein inhomogener Bereich, der in einer Scheibe identifiziert wurde, ersichtlich. Auch diese Inhomogenitäten konnten in den Scheiben M und F im Zentrum festgestellt werden. Dabei wurden Stellen mit einem lokal höheren Anteil an globularer γ -Phase, wie in Abbildung 4.8 c) dargestellt, aber auch Zonen mit einem hohen Anteil lamellarer Kolonien

registriert. In der Scheibe K konnten in den untersuchten Chargen der beiden Lieferungen weder Boride, noch inhomogene Bereiche ausgemacht werden. Im direkten Vergleich mit den anderen beiden Scheiben fällt auch auf, dass die Mikrostruktur der Probe K etwas feiner ist als die der anderen Proben. Das liegt möglicherweise an einer schnelleren Erstarrung in diesem Bereich.

Auch die Scheiben des Guss/HIP-Stabes wurden mit HV10 härtegeprüft. Die Härte wurde dabei über die gesamte Länge des Durchmessers gemessen. Dabei sind keine Schwankungen aufgefallen. Auch im Zentrum der Scheiben, wo bei der mikroskopischen Beurteilung Inhomogenitäten festgestellt wurden, konnte kein Abfall der Härte gemessen werden. Einige der Härteeindrücke wurden anschließend im LIM1 auf deren Position untersucht. Dabei wurden auch eindeutig Härteeindrücke in inhomogenen Bereichen identifiziert. Das bedeutet, dass die Inhomogenitäten keinen Einfluss auf die Makrohärte haben. Daher wurden hier, wie bei den Platten, der Mittelwert und die Standardabweichung der Härte berechnet. Die Ergebnisse sind in Tabelle 4.2 zusammengefasst.

Tabelle 4.2: Gemittelte Härte (HV10) und Standardabweichung der Scheiben beider Lieferungen.

Lieferung	K	M	F
1	343±4	338±7	342±8
2	341±5	343±6	341±7

4.2 Material nach Extrusion erster Stufe

Nach der Grundcharakterisierung des Materials im Guss/HIP-Zustand wurde auch das Material nach der Extrusion erster Stufe untersucht. Die Umformung erfolgte wie bereits in Kapitel 3.2 beschrieben. Bei dem untersuchten Ingot handelt es sich um einen Prototypen aus einem Guss/HIP-Stab der ersten Lieferung. Die Parameter der Umformung haben sich nach der Produktion dieses Versuchingots noch geändert. Die Dimensionen des Materials nach diesem Umformschritt sind in Abbildung 3.4 ersichtlich. Untersucht wurden die Segmente nach dem Abtrennen, bevor diese mit Edelstahlronden verschweißt wurden. Die Proben wurden an beiden Enden des Ingots entnommen und anschließend halbiert. Es handelt sich dabei um die Segmente 1 bis 5 und 11. Die übrigen Segmente (6 bis 10) wurden in einem zweiten Extrusionsschritt zu Rohlingen umgeformt.

Die Segmenthälften wurden für die nachfolgende Untersuchung präpariert und nach Ence Margolin farbgeätzt, wie in Kapitel 3.4 beschrieben. Die Ergebnisse sind in Abbildung 4.9 zu sehen. Die Extrusionsrichtung liegt jeweils in der Vertikalen des Bildes.

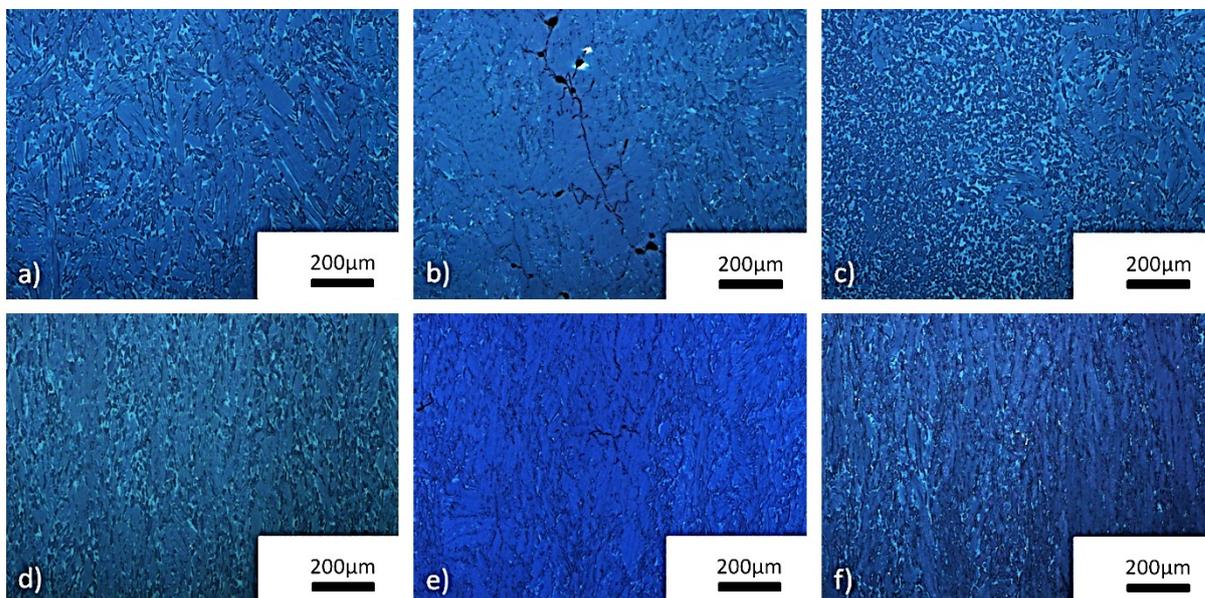


Abbildung 4.9: LIM-ILM Aufnahmen der Segmente nach dem elektrolytischen Ätzen nach Ence Margolin. a) homogener Bereich; b) Borid; c) inhomogener Bereich; d) homogener Bereich; e) Borid; f) inhomogener Bereich. a)-c) wurden im Fuß des Ingots aufgenommen und d)-f) in der Mitte des Ingots.

In Abbildung 4.9 wurde zwischen dem Fuß (Probe 1) und der Mitte des Ingots unterschieden. Wobei der Fuß in der Skizze des Prozesses in Abbildung 3.4 das oberste Segment des Ingots nach der ersten Extrusionsstufe ist. Die Aufnahmen dieses Fußes sind in Abbildung 4.9 a) bis c) zusammengefasst. Dieser Bereich des Ingots unterscheidet sich bezüglich des Gefüges nicht sehr stark vom zuvor untersuchten Guss/HIP-Zustand. Im größten Teil des Segments liegt ein homogenes dreiphasiges Gefüge aus lamellaren α_2/γ -Kolonien, globularer γ -Phase und β_0 -Phase vor. Doch auch ein Borid, in Abbildung 4.9 b) ersichtlich, konnte in diesem Teilstück gefunden werden. Dieses entspricht dem Aussehen nach den Boriden, die bereits in den Mittensegmenten des Guss/HIP-Stabes nachgewiesen wurden. Auch die Inhomogenitäten, die im Zentrum des Guss/HIP-Stabes gefunden wurden, sind im Fuß des Ingots zu erkennen. In Abbildung 4.9 c) ist ein Bereich mit einem hohen Anteil globularer γ -Phase auf der linken Bildhälfte und einem hohen Anteil lamellarer α_2/γ -Kolonien auf der rechten Seite dargestellt. Auch der Anteil an β_0 schwankt in diesem Bereich sichtbar.

In der Mitte des Ingots hingegen ist ein deutlicher Unterschied der Mikrostruktur zum Guss/HIP-Zustand erkennbar. Die Aufnahmen aus dieser Zone sind in Abbildung 4.9 d) bis f) zusammengefasst. In Abbildung 4.9 d) ist ein homogener Bereich der umgeformten Segmente zu sehen. Die Umformung des Materials ist in diesen Segmenten gut am Gefüge

erkennbar. Das Gefüge hat sich deutlich in Richtung der Verformung gestreckt. Die lamellaren Kolonien aus α_2 und γ haben sich aufgrund der Umformung in Extrusionsrichtung ausgerichtet und verbogen. Manche der Kolonien haben auch bereits begonnen sich aufzulösen. Die β_o -Körner wurden im Zuge der Verformung langgestreckt. Diese Phänomene sind in der Detailaufnahme des Gefüges, Abbildung 4.10, gut erkennbar.

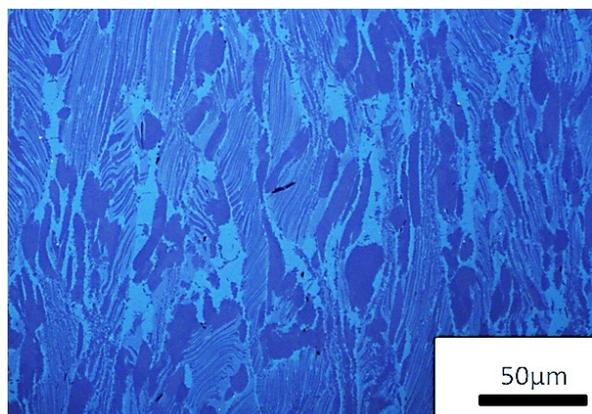


Abbildung 4.10: Detailaufnahme des Gefüges in einem Segment aus der Mitte des Ingots nach der Extrusion erster Stufe.

Auch in den mittleren Segmenten konnten Boride und inhomogene Bereiche festgestellt werden. In Abbildung 4.9 e) ist ein Borid in diesem Bereich ersichtlich. Ähnlich wie das Borid, das in einer der Scheiben des Guss/HIP-Zustands gefunden wurde, ist bei diesem hier keine durchgängige schwarze Linie erkennbar. Das war bei nahezu allen Boriden, die in dem umgeformten Material identifiziert wurden, der Fall. Weitere Aufnahmen von Boriden in diesen Segmenten sind im Anhang B zu finden. Vermutlich wurden die Boride beim Umformvorgang mechanisch so stark beansprucht, dass sie im Zuge dessen zerbrochen (fragmentiert) wurden. Dafür spricht, dass sich auch das umliegende β_o -arme Gefüge stark verformt hat. In Abbildung 4.9 f) ist ein inhomogener Bereich des umgeformten Gefüges dargestellt. Anders als bei den Proben des Guss/HIP-Zustands konnten diese Inhomogenitäten nicht im Zentrum festgestellt werden. Bei den untersuchten Proben wurden die inhomogenen Bereiche ca. 1 cm außerhalb des Zentrums entlang der Stabachse festgestellt. Die Inhomogenitäten fallen vor allem durch den abweichenden Anteil der β_o -Phase auf. Um die Erkenntnisse der Gefügeuntersuchung im LIM1 zu bestätigen, wurde ein Teil der Proben zusätzlich für eine Analyse im REM präpariert. Die Aufnahmen sind in Abbildung 4.11 ersichtlich.

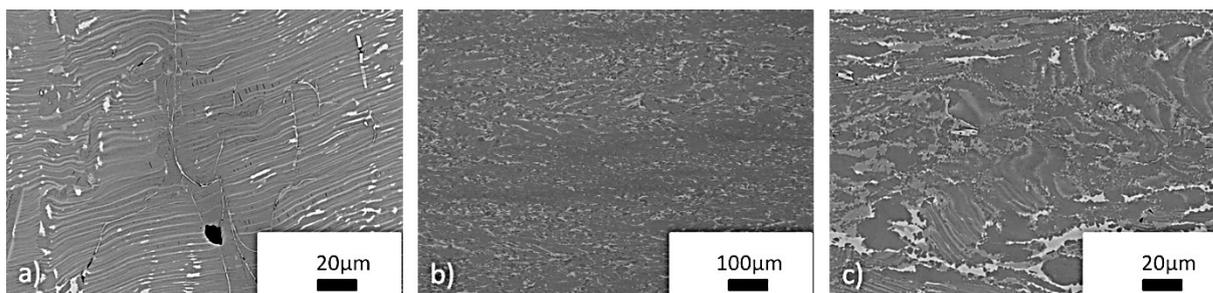


Abbildung 4.11: REM Aufnahmen der Segmente nach dem elektrolytischen Polieren. a) BSD Aufnahme eines Borids; b) BSD Aufnahme eines inhomogenen Bereichs; c) Detailaufnahme der Inhomogenität in b).

In Abbildung 4.11 a) ist ein Borid zu sehen. Auch in den REM Aufnahmen stimmen deren Merkmale mit denen der identifizierten Boride des Guss/HIP-Zustand überein. Das Borid zeichnet sich als helle Linie in einem β_0 -armen Bereich ab. Das Borid, das hier zu sehen ist, wurde im Fuß des Ingots gefunden. In Abbildung 4.11 b) ist ein inhomogener Bereich aus der Mitte des umgeformten Ingots zu sehen. Die Inhomogenität ist im REM deutlich dunkler als das umgebende Gefüge. Das bedeutet, dass diese Bereiche, die entlang der ehemaligen Achse des Ingots verlaufen, an β_0 verarmt sind. In der Detailaufnahme dieser Zone, Abbildung 4.11 c), ist das deutlich erkennbar. Die Verformung der Lamellen in den Kolonien ist im REM ebenfalls zu sehen und auch Kolonien, die sich schon teilweise aufgelöst haben, sind feststellbar. Teile von fragmentierten Boriden konnten im Bereich der Inhomogenitäten keine identifiziert werden.

Alle sechs untersuchten Proben wurden nach der Gefügecharakterisierung noch mit HV10 härtegeprüft. Die dabei ermittelten Härtewerte mit deren Standardabweichung sind in Tabelle 4.3 angegeben. Alle Proben wiesen bei der Messung der Härte keine großen Schwankungen auf. Auch die Inhomogenitäten hatten dabei keinen Einfluss auf die Härte. Die Boride konnten mit Hilfe der Härteprüfung ebenfalls nicht identifiziert werden. Über die Länge weisen die Proben keine maßgebliche Änderung der Härte auf. Eine Probe liegt ca. 20 HV10 über den anderen Proben, was jedoch im Toleranzbereich dieser Messung liegt.

Tabelle 4.3: Gemittelte Härte (HV10) und Standardabweichung der Proben der Ingots nach der Extrusion erster Stufe.

Probe	1	2	3	4	5	11
Härte	392±4	394±3	390±5	388±4	394±2	414±3

4.3 Material nach Extrusion zweiter Stufe

Die Umformung des Ingots zu den Rohlingen erfolgte wie in Kapitel 3.2 beschrieben. Die Dimensionen der Rohlinge sind in Abbildung 3.4 ersichtlich. Vom Material nach der zweiten Extrusionsstufe wurden mehrere Probensätze untersucht. Der erste Probensatz wurde aus den übrigen Segmenten des untersuchten Prototyps hergestellt. Der zweite Probensatz wurde aus einem Stab der ersten Lieferung in seriennaher Fertigung extrudiert. Der dritte untersuchte Probensatz wurde aus einem Stab der zweiten Lieferung, ebenfalls in seriennaher Fertigung, hergestellt. Alle Rohlinge wurden halbiert und die Schnittfläche wurde, wie in Kapitel 3.4 beschrieben, für das LIMI präpariert. Untersucht wurden drei Bereiche der Rohlinge: 1) der Schaft und zwei Stellen im Bereich des Tellers des halbierten Rohlings. Dabei handelt es sich um 2) das Zentrum und 3) den Rand des Tellers. Diese Stellen sind in Abbildung 4.1 eingezeichnet. Repräsentative LIMI-Aufnahmen sind in Abbildung 4.12 zusammengefasst.

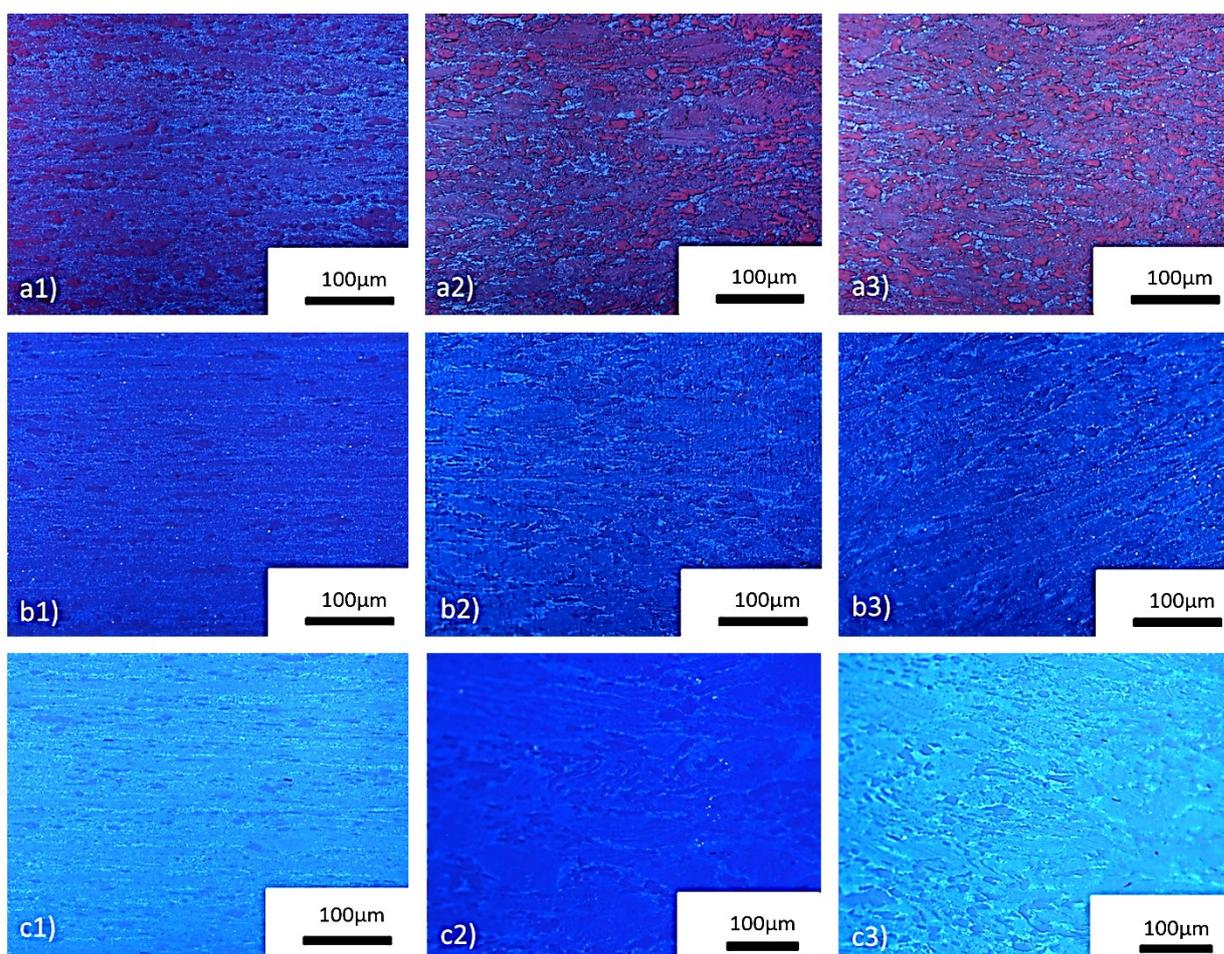


Abbildung 4.12: LIMI Aufnahmen der Rohlinge nach dem elektrolytischen Ätzen nach Ence Margolin. a) Prototyp; b) seriennah gefertigt aus Lieferung 1; c) seriennah gefertigt aus Lieferung 2 (siehe Text).

Die Extrusionsrichtung liegt bei dieser Abbildung in der Bildhorizontalen. Es ist deutlich erkennbar, dass sich das Gefüge des Schaftes von dem des Tellers unterscheidet. Der Grund für diesen Unterschied ist der geringere Umformgrad des Tellers. Dieser Sachverhalt wurde in Kapitel 3.2 bereits näher beschrieben. Die Mikrostruktur des Tellers unterscheidet sich nicht sehr von dem Gefüge des einfach umgeformten Ingots, das in Kapitel 4.2 analysiert wurde. In Abbildung 4.12 a)-c) ist das an den Positionen 2 und 3 erkennbar. Das liegt daran, dass der Teller im zweiten Extrusionsschritt auf einen Durchmesser von 50 mm gestaucht wird. Das hat keine große Verformung und damit auch keine starke Änderung der Mikrostruktur zur Folge. Ein erkennbarer Unterschied ist, dass im Teller ein höherer Anteil an aufgelösten lamellaren Kolonien festgestellt werden kann. Auch die Verteilung der β_o -Phase erscheint ein wenig homogener. Das Gefüge im Schaft ist aufgrund des höheren Umformgrades erkennbar feiner als im Teller. Das ist in Abbildung 4.12 a) bis c) an Position 1 deutlich erkennbar. Der Großteil der lamellaren Kolonien im Schaft hat sich bei der Extrusion zweiter Stufe aufgelöst. Das Gefüge ist dadurch so fein, dass es mit kleineren Vergrößerungen im LIMi nicht mehr aufgelöst werden kann. Zwischen den ehemaligen Kolonien sind die globularen γ -Körner zu erkennen, die sich vom Guss/HIP-Zustand bis zum Rohlingszustand nicht verändert haben. Detailaufnahmen vom Gefüge der Rohlinge sind in Anhang B ersichtlich.

Auch zwischen den untersuchten Probensätzen können Unterschiede festgestellt werden. Der erste Probensatz, der aus den Segmenten des Prototyps gefertigt wurde, unterscheidet sich deutlich von den beiden anderen Probensätzen. Das Gefüge in Abbildung 4.12 a) 1-3 ist an allen drei Positionen etwas gröber. Auch der Anteil an bereits aufgelösten Kolonien im Teller ist niedriger als bei den seriennah produzierten Probensätzen. Die Korngröße der γ -Körner ist bei den Rohlingen des Prototyps etwas größer als bei den beiden anderen Probensätzen. Die seriennah produzierten Proben sind sich in ihrer Mikrostruktur sehr ähnlich. Es sind keine Unterschiede in der Korngröße erkennbar. Auffällig ist, dass der Anteil der β_o -Phase bei diesen zwei Probensätzen sichtbar schwankt. Gut erkennbar ist das in Abbildung 4.12 c1). Alle Rohlinge wurden, aufgrund der Erkenntnisse aus den Untersuchungen der Ausgangsmaterialien, auf Boride und grobe Inhomogenitäten untersucht. In zwei Proben aus dem Satz des Prototyps konnten Boridnester im Teller entdeckt werden. Eines davon auf Position 2 und eines in der Nähe von Position 3. Diese Boridnester waren, wie auch im umgeformten Ingot, nicht mehr zusammenhängend. Auch Inhomogenitäten konnten in diesen Proben festgestellt werden. Dabei handelt es sich im Fall der Rohlinge aber nicht um deutlich erkennbare Anhäufungen globularer γ -Phase oder lamellarer Kolonien. Aufgefallen ist nur eine unregelmäßige Verteilung der β_o -Phase. Auch bei den Rohlingen der ersten und zweiten Lieferung aus der seriennahen Produktion wurde

eine inhomogene Verteilung der β_0 -Phase festgestellt. In Abbildung 4.12 c1) ist diese Schwankung gut erkennbar. Boridnester konnten aber weder in den Proben der ersten Lieferung, noch in den Proben der zweiten Lieferung festgestellt werden. Bei genauerer Betrachtung konnten kleine dunkle Gefügebestandteile identifiziert werden. Abbildung 4.13 zeigt Aufnahmen solcher Stellen.

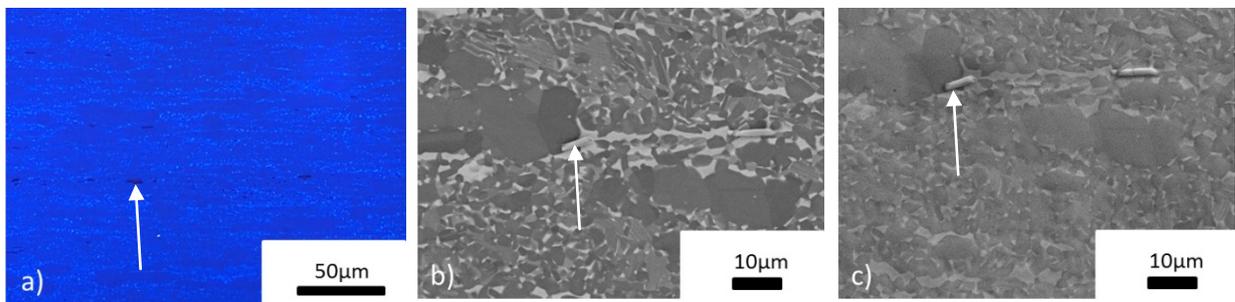


Abbildung 4.13: Detailaufnahme vom Gefüge im Schaft in einem der Rohlinge. a) LIMIAufnahme; b) BSD Aufnahme; c) SED Aufnahme. Kleine Gefügebestandteile, die vom Kontrast her Boriden entsprechen könnten, sind mit einem Pfeil markiert.

Die kleinen Gefügebestandteile, die in der lichtmikroskopischen Aufnahme in Abbildung 4.13 a) ersichtlich sind, weisen denselben Kontrast auf, wie die Boride im Guss/HIP-Stab und im umgeformten Ingot. Daher wurden zusätzlich REM Aufnahmen angefertigt, um die Gefügebestandteile als Boride zu identifizieren. In Abbildung 4.13 b) ist die REM Aufnahme im Rückstreuelektronenkontrast zu sehen. In dieser Aufnahme ist das Borid nicht sehr gut zu sehen, da es im Z-Kontrast dieselbe Farbe hat wie die umgebenden Gefügebestandteile. Das Borid ist im Sekundärelektronenkontrast in Abbildung 4.13 c) jedoch gut erkennbar. Wie schon bei der Charakterisierung des Guss/HIP-Zustands werden die Boride wegen ihrer höheren Härte bei der mechanischen Präparation schlechter abgetragen. Wegen des daraus resultierenden Höhenprofils sind diese Gefügebestandteile in den SED Aufnahmen gut sichtbar. Werden die beiden REM Aufnahmen miteinander verglichen, kann das Borid aber auch in der BSD Aufnahme eindeutig identifiziert werden. Da alle Merkmale bei der Charakterisierung im LIMIAufnahme und im REM mit denen der Boride übereinstimmen, können sie eindeutig als solche identifiziert werden. Das bedeutet, dass die Boridnester, die im Guss/HIP-Zustand identifiziert wurden, im Zuge der Umformung aufgelöst wurden. Die großen Nester wurden somit zuerst aufgebrochen und erschienen nach der ersten Umformstufe nicht mehr als zusammenhängende Linie (Ausscheidung). Bei dem zweiten Umformschritt wurden diese zerbrochenen Boridnester weiter auseinandergerissen, bis diese in den Rohlingen nicht mehr als Nester zu erkennen waren.

Nach der Charakterisierung der Mikrostruktur wurde auch die Härte der Rohlinge gemessen. Dafür wurde von allen Rohlingen ein Härteverlauf, gemessen mit HV10, erstellt. Dafür wurde

in regelmäßigem Abstand entlang der Mittelachse die Härte gemessen. Die ermittelten Härteverläufe sind in Abbildung 4.14 dargestellt. Die Proben werden in der Legende unterschieden. Dabei sind die Lieferungen vermerkt und die Abkürzungen S und P stehen für Serienfertigung und Prototyp.

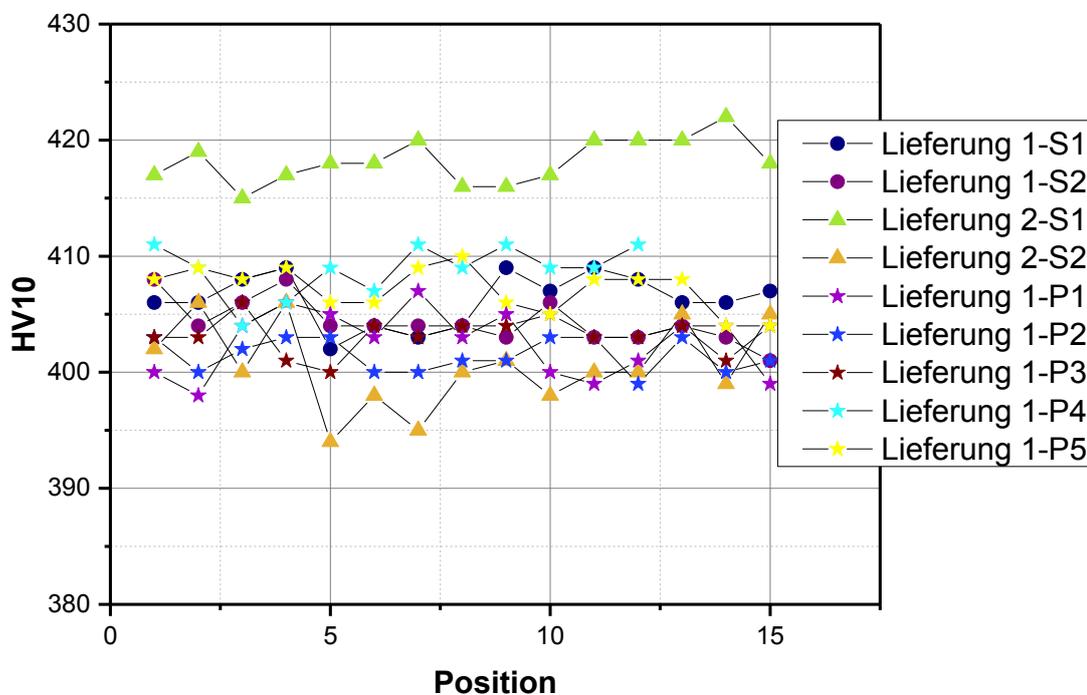


Abbildung 4.14: Diagramm der Härteverläufe aller untersuchten Rohlinge. S steht für Serienfertigung, P für Prototypenfertigung.

Beim Vergleich aller ermittelten Härteverläufe der Rohlinge fällt auf, dass alle Rohlinge über die ganze Länge eine konstante Härte aufweisen. Die Härtewerte aller Proben liegen zwischen 394-422 HV10. Die größte gemessene Unterschied zwischen dem Maximalwert und dem Minimalwert innerhalb eines Ventils beträgt 12 HV10 (Rohling Lieferung 2 S2). Aufgrund der geringen Schwankung dieser Messergebnisse kann von einem homogenen Material ausgegangen werden. Das bedeutet, dass die leichten Schwankungen im β_0 -Gehalt offensichtlich keine bemerkbaren Auswirkungen auf die mechanischen Eigenschaften haben.

4.4 Ergebnisse der Biegeumlaufuntersuchungen

Die Biegeumlaufuntersuchungen wurden am Lehrstuhl für Metallkunde und metallische Werkstoffe durchgeführt. Die Methodik des Prüfverfahrens wurde in Kapitel 3.7.1 bereits ausführlich beschrieben. Die dafür benötigten Proben wurden bei der Firma MWR wie beschrieben hergestellt. Die Proben wurden vor der Prüfung optisch auf mögliche Fehler untersucht. Bei einer zu prüfenden Charge wurden im Zuge dessen Bearbeitungsfehler

aufgrund der Probenherstellung festgestellt. Bei diesen Teilen war auch die Probenoberfläche nicht einwandfrei. Die Proben wurden, wenn möglich, dennoch geprüft. Dabei wurde der Probenzustand vermerkt, um bei Ausreißern dieser Proben die Fehlersuche zu erleichtern. Die Biegeumlaufprüfung wurde sowohl an den Tellerproben, als auch an den Schaftproben durchgeführt. Bei den Ergebnissen wurde zusätzlich noch zwischen den beiden Lieferungen unterschieden.

4.4.1 Ergebnisse der Schaftproben der ersten Lieferung

Aus der Biegeumlaufprüfung und den daraus resultierenden Daten wurde eine Wöhlerkurve erstellt. Dabei kennzeichnet jeder eingezeichnete Punkt eine Probe, die bei der angegebenen Spannung nach der eingezeichneten Anzahl an Lastwechseln gebrochen ist. In Abbildung 4.15 ist die Wöhlerkurve für die Schaftproben der ersten Lieferung ersichtlich. Die Proben, die den festgelegten Grenzwert für die Dauerfestigkeit von 10^7 Lastwechseln erreicht oder überschritten haben, werden im Folgenden als Durchläufer bezeichnet. Diese Durchläuferproben sind in der Wöhlerkurve als Punkte mit einem Pfeil, der nach rechts zeigt, gekennzeichnet. Aufgrund vorangegangener Forschungsarbeiten [67] und der dabei durchgeführten Biegeumlaufversuche, konnten die Biegeumlaufversuche mit einer Spannung von 800 MPa begonnen werden. Die Proben, die den Grenzwert erreicht haben und daher nicht gebrochen sind, wurden anschließend bei höheren Spannungen wiederverwendet. Da TiAl-Legierungen unter Beanspruchung bei Raumtemperatur keine starke plastische Verformung aufweist, kann davon ausgegangen werden, dass bei einer solchen Prüfung keine starke Konditionierung stattfindet. Somit sollte der Einfluss eines vorangegangenen Prüfdurchlaufs auf das Ergebnis des zweiten Versuchs keinen Einfluss haben. Um diesen Effekt auszuschließen, wurde zusätzlich auf jedem geprüften Spannungsniveau mindestens eine jungfräuliche Probe geprüft. Proben, die aufgrund vorangegangener mechanischer Beschädigung oder wegen Bearbeitungsfehlern vorzeitig an der Einspannung gebrochen sind, wurden nicht in die folgenden Wöhlerkurven einbezogen. Die lineare Regression der Datenpunkte erfolgte mit dem Analyse Tool der Origin® Software.

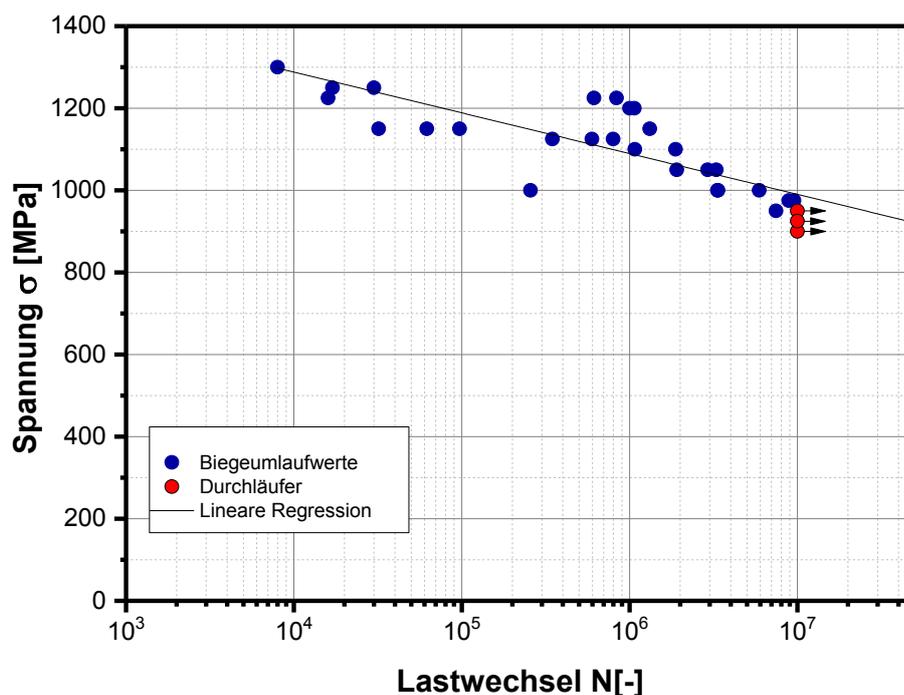


Abbildung 4.15: Wöhlerkurve der Schaftproben der ersten Lieferung aus der VIM SM Route d80.

Bei höheren Spannungen kann auch eine höhere Streuung der Werte festgestellt werden. Das Dauerfestigkeitsniveau wurde bei dieser Charge der Schaftproben auf 950 MPa festgelegt. Dabei handelt es sich um jene Spannung, bei der alle geprüften Proben die Lastwechselgrenze für die Dauerfestigkeit erreicht haben. Von diesem Punkt weg verläuft die Kurve flach zu niedrigeren Lastwechseln. Dieser Verlauf wurde bereits von Hénaff et. al. [44] beschrieben sowie in vorangehenden Forschungsarbeiten [67] so ermittelt. Das bedeutet, dass bei Überschreiten des Dauerfestigkeitsniveaus eine kleine Änderung der Spannung zu einer großen Änderung der ertragbaren Lastwechsel führt.

Ein Teil der geprüften Proben wurde nach der Biegeumlaufprüfung im Stereomikroskop analysiert. Danach wurden die Bruchflächen ausgewählter Proben im REM auf ihren Bruchausgang untersucht. Die Aufnahmen dieser Untersuchungen sind in Abbildung 4.16 zu sehen. Der Bruchausgang befindet sich bei allen untersuchten Proben in einem Bereich von 0 bis 200 μm unter der Oberfläche. Dabei kann zwischen Brüchen, die von der Oberfläche ausgehen und jenen die einen Rissausgang unter der Oberfläche besitzen, unterschieden werden.

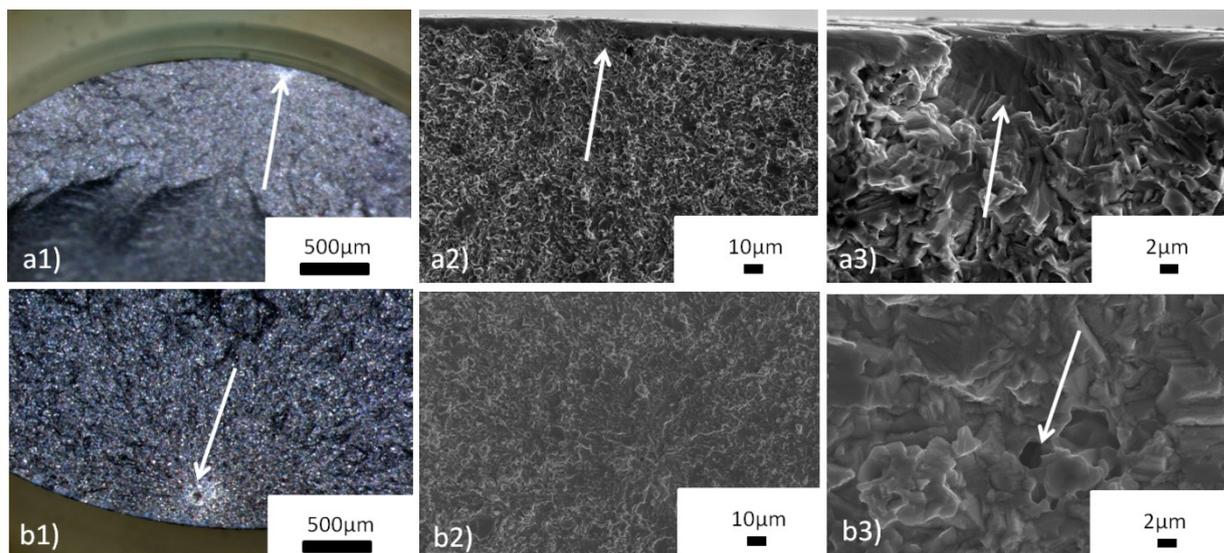


Abbildung 4.16: Stereo- und REM-Aufnahmen der Bruchausgänge von den Schaftproben der VIM SM Route d80. a) Oberflächenbruch und b) Bruchausgang unter der Oberfläche 1) Stereomikroskopische Aufnahmen der Bruchflächen; 2) und 3) SEM Aufnahmen der Bruchausgänge in unterschiedlichen Vergrößerungen.

In Abbildung 4.16 a) sind die Aufnahmen der Probe, die bei einer Spannung von 1150 MPa nach 3200 Lastwechseln gebrochen ist, zusammengefasst. Der Bruchausgang der Probe konnte im Stereomikroskop schon an der Oberfläche festgestellt werden. Das ist in Abbildung 4.16 a1) ebenfalls gut erkennbar. Die nähere Beurteilung der Bruchoberfläche bestätigte diesen Sachverhalt. In Abbildung 4.16 a2) ist eine Übersichtsaufnahme des Bruchausgangs im REM zu erkennen. Direkt an der Oberfläche fällt eine dünne dunkle Schicht auf, bei der es sich wahrscheinlich um die verbliebene deformierte Zone aufgrund der mechanischen Bearbeitung handelt.

In Abbildung 4.16 b) sind die Aufnahmen einer zweiten Probe zusammengefasst. Diese Probe brach nach 257000 Lastwechseln unter einer Spannung von 1000 MPa. Anders als bei der ersten Probe liegt der Bruchausgang dieser Probe ca. 200 µm unter der Probenoberfläche. Bei der genauen Untersuchung des Bruchausgangs im REM konnte eine Pore als rissauslösender Defekt festgestellt werden. Die Pore wurde wahrscheinlich während des HIP-Prozesses geschlossen, die Oberfläche konnte aber nicht korrekt verschweißen. Bei den anschließenden Umformprozessen wurde diese Pore dann offensichtlich wieder geöffnet. In Aufnahme b3) der Abbildung 4.16 ist eine Nahaufnahme der besagten Pore zu sehen. Die Größe der Pore mit einem Durchmesser von ca. 2 µm befindet sich in der Größenordnung der globularen γ -Körner. Gleichzeitig befindet sich der gemessene Wert der ertragenen Lastwechsel im Bereich der Streuung. Da die Pore ca. gleich groß ist wie einzelne Gefügebestandteile, ist es nicht überraschend, dass der Wert nicht stark abweicht.

Bei der Beurteilung der Bruchflächen im Stereomikroskop und im REM ist aufgefallen, dass die Proben, die bei höheren Spannungen schon bei sehr niedrigen Lastspielzahlen versagt haben, bevorzugt von der Oberfläche ausgehend gebrochen sind. Das stimmt mit den Annahmen überein, dass bei höheren Spannungen und Wechselbeanspruchung der Einfluss der Oberflächenbeschaffenheit zunimmt. Das stimmt auch mit Beobachtungen aus vorangegangenen Forschungsprojekten überein [67]. Im Vergleich mit Untersuchungen an Proben, die über den aktuellen Serienprozess hergestellt wurden, konnte die Dauerfestigkeit des Schaftes mit Hilfe des neuen Prozesses eindeutig verbessert werden. Das Dauerfestigkeitsniveau der Schaftproben die im VAR-Prozess hergestellt wurden, liegt bei 900 MPa. Im Vergleich dazu erreichen die Proben des neuen Prozesses eine Dauerfestigkeit von 950 MPa. Auch die Streuung der Werte fällt beim neuen Prozess geringer aus als bei den vorangegangenen Untersuchungen anderer Herstellrouten [67].

4.4.2 Ergebnisse der Tellerproben der ersten Lieferung

Neben den Schaftproben wurden auch die Proben die das Verhalten des Tellers simulieren geprüft. Auch in diesem Fall wurde bei der Auswahl der Anfangsspannungen auf vorangegangene Forschungsarbeiten zurückgegriffen. Die niedrigste Messspannung lag daher bei 725 MPa. In Abbildung 4.17 ist die aus den gemessenen Daten ermittelte Wöhlerkurve dargestellt.

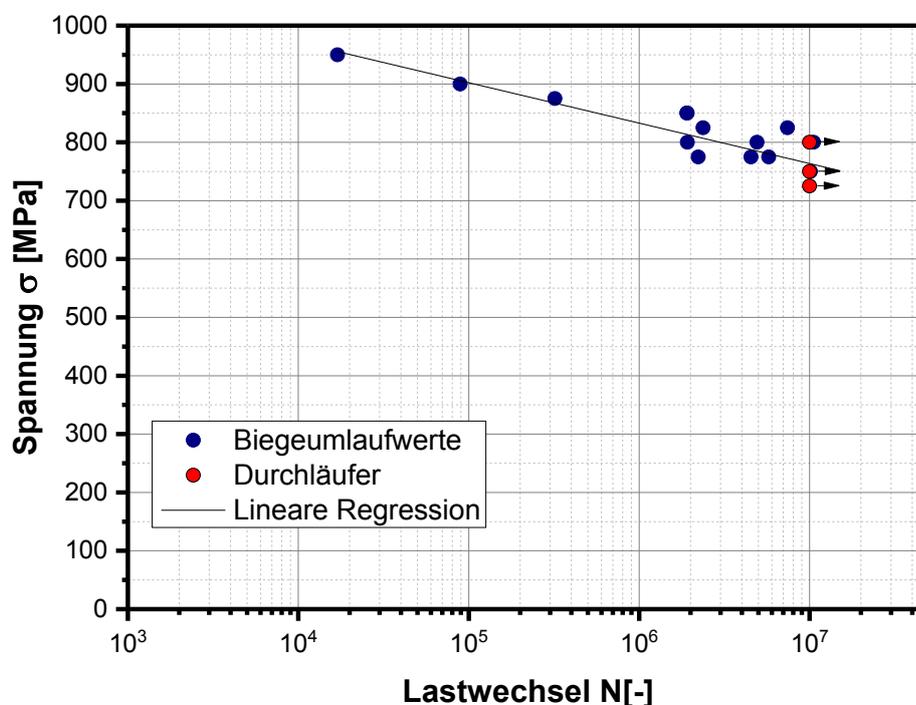


Abbildung 4.17: Wöhlerkurve der Tellerproben der ersten Lieferung aus der VIM SM Route d80.

Das Dauerfestigkeitsniveau wurde aufgrund der Messungen auf 750 MPa festgelegt. Diese Spannung war die höchste, bei der alle gemessenen Proben den Grenzwert von 10^7 Lastwechseln erreicht haben. Durchläufer konnten aber auch bei höheren angelegten Spannungen gemessen werden. Dieses Dauerfestigkeitsniveau liegt deutlich unter dem der Schaftproben. Dieser Umstand ist durch den Unterschied im Gefüge erklärbar. Der Schaft des Ventils, siehe Kapitel 4.3, besitzt eine deutlich feinere Mikrostruktur als der Teller und dadurch eine höhere Festigkeit. Das resultiert in einer höheren Dauerfestigkeit bei dynamischer Belastung. Beim Vergleich dieser Kurve mit der Wöhlerkurve der Schaftproben fällt eine geringere Streuung der Werte auf. Das liegt vor allem daran, dass weniger Proben des simulierten Tellers für eine Biegeumlaufprüfung zur Verfügung standen. Daher konnten weniger Proben bei sehr hohen Spannungen um 900 MPa oder höher geprüft werden. Der Einfluss der Oberfläche auf die Festigkeit bei hohen Spannungen konnte bei dieser Charge daher nicht nachgewiesen werden. Bei der stereomikroskopischen Untersuchung der Bruchflächen konnten keine Auffälligkeiten festgestellt werden. Bei den Proben, die um 800 MPa geprüft wurden, gab es auch keine Ausreißer und auch die Bruchausgänge wiesen keine bevorzugte Lage bezüglich der Oberfläche auf. Auch Boride konnten nicht als Bruchauslöser identifiziert werden.

Die Dauerfestigkeit der Tellerproben aus dem Serienprozess wurde bisher noch nicht untersucht. Bei einer vorangegangenen Forschungsarbeit wurden aber Tellerproben aus einem vergleichbaren Prozess geprüft. Die Dauerfestigkeit dieser Proben betrug 775 MPa [67]. Die neue Herstellroute, bei der die Tellerproben eine Dauerfestigkeit von 750 MPa aufweisen, kann dabei durchaus mithalten.

4.4.3 Ergebnisse der Schaftproben der zweiten Lieferung

Gesondert von der ersten Lieferung wurde auch Probenmaterial aus der zweiten Lieferung einer Biegeumlaufprüfung unterzogen. Die daraus ermittelte Wöhlerkurve ist in Abbildung 4.18 dargestellt. Die niedrigste Prüfspannung lag bei dieser Charge bei 925 MPa. Die Dauerfestigkeit liegt hier bei 950 MPa. Sie unterscheidet sich damit nicht von der Dauerfestigkeit der Proben der ersten Lieferung. Das stimmt auch mit den Erkenntnissen der mikroskopischen Untersuchungen überein. Dabei konnte ebenfalls kein Unterschied zwischen den beiden Lieferungen festgestellt werden.

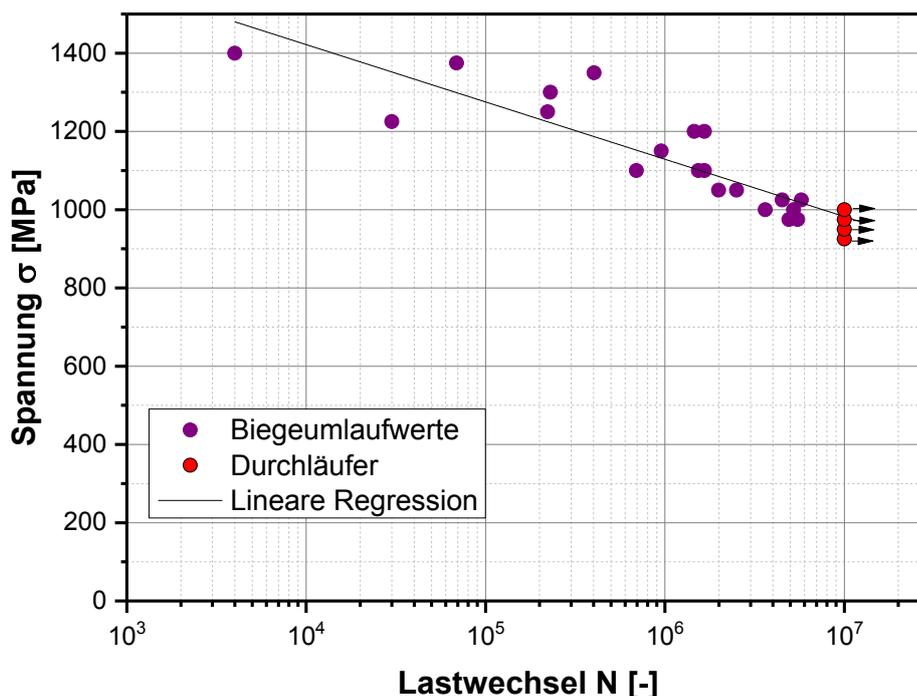


Abbildung 4.18: Wöhlerkurve der Schaftproben der zweiten Lieferung der VIM SM Route d80.

Ein Teil der Proben dieser Lieferung wurde, wie schon am Anfang des Kapitels erwähnt, nicht in einwandfreiem Zustand geliefert. Zwei der Proben konnten nicht gemessen werden, da diese schon beim Einbau am Einspannkopf gebrochen sind. Alle Proben, die in die Maschine eingebaut werden konnten, wurden anschließend auch geprüft. Dabei kam es bei einigen Proben der schlecht bearbeiteten Charge schon bei niedrigen Lastspielzahlen zu einem Kopfbruch. Diese Werte wurden daher nicht in die Wöhlerkurve mit einbezogen. Die anderen Proben, die im verjüngten Teil der Probe gebrochen sind, wurden berücksichtigt.

Bis zu einer Spannung von 1000 MPa konnten Durchläufer gemessen werden. Die Spannung bei der alle Proben Durchläufer waren lag bei 950 MPa. Wie auch schon bei der Wöhlerkurve der ersten Lieferung, kann bei niedrigeren Spannungen zwischen 900 und 1100 MPa eine geringe Streuung der Messwerte festgestellt werden. Bei höheren Spannungen kommt es zu größeren Schwankungen bei den ertragbaren Lastwechseln. Bei der Betrachtung der Bruchflächen mit dem Stereomikroskop fällt auf, dass jene Proben, die bei hohen Spannungen und niedrigen Lastwechseln gebrochen sind, ihren Bruchausgang auf der Oberfläche haben. Ein Beispiel dafür ist in Abbildung 4.19 zu sehen.

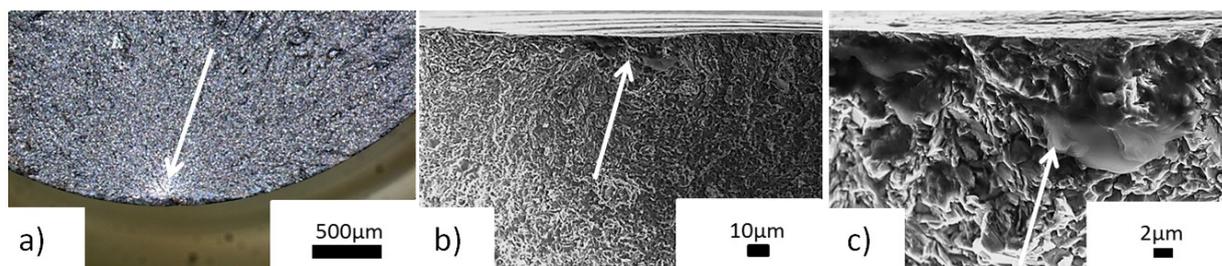


Abbildung 4.19: Stereo- und REM-Aufnahmen einer Schaftprobe mit einem Bruchausgang an der Oberfläche. a) Stereomikroskopische Aufnahme der Bruchfläche; b) SED Aufnahme der Bruchfläche; c) SED Aufnahme des Bruchausgangs.

Bei der Betrachtung der Bruchoberfläche im Stereomikroskop kann der Bruchausgang bereits direkt an der Oberfläche ausgemacht werden. Auch im REM ist er gut erkennbar. In der Detailaufnahme (Abbildung 4.19 c)) ist eine Detailaufnahme des Bruchausgangs zu sehen. Da der Bruch von der Oberfläche ausgeht handelt es sich vermutlich um ein Versagen aufgrund eines Oberflächenfehlers.

4.4.4 Ergebnisse der Tellerproben der zweiten Lieferung

Abschließend wurden auch die Tellerproben der zweiten Lieferung geprüft. Bei dieser Charge wurden mehr Proben hergestellt, als bei der ersten Lieferung. Daher konnten auch bei höheren Spannungen mehrere Messungen durchgeführt werden. Das Dauerfestigkeitsniveau liegt bei dieser Charge bei 725 MPa. Das bedeutet, es liegt eine knapp unter dem Niveau der Tellerproben der ersten Lieferung. Das liegt daran, dass zwei Proben kurz vor dem Erreichen der 10^7 Lastwechsel gebrochen sind. Daher wurden bei Spannungen von 725 und 750 MPa zwei Proben weit über den Grenzwert der Dauerfestigkeit beansprucht. Beide Proben überschritten dabei den Grenzwert deutlich, bevor die Versuche abgebrochen wurden. Bei einer Erhöhung der Belastung wurden bis zu einer Spannung von 775 MPa Durchläufer gemessen. In diesem Bereich der Kurve ist die Streuung der Messwerte noch gering und nimmt bei einem weiteren Anstieg der Belastungsspannung zu.

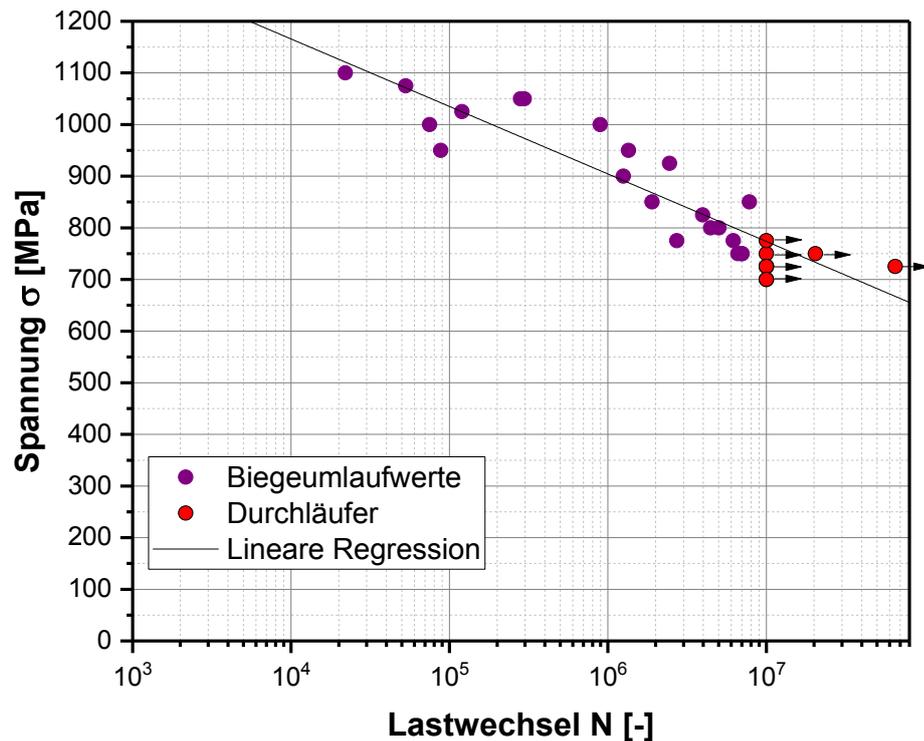


Abbildung 4.20: Wöhlerkurve der Tellerproben der zweiten Lieferung der VIM SM Route d80.

Bei der Untersuchung der Bruchausgänge im Stereomikroskop konnten keine Unregelmäßigkeiten festgestellt werden. Die Probe die bei einer Spannung von 750 MPa vor dem Erreichen der 10^7 Lastwechsel gebrochen ist wurde anschließend noch im REM genauer untersucht. Die Aufnahmen sind in Abbildung 4.21 zusammengefasst. Im Detail, a), ist eine Übersichtsaufnahme der Bruchoberfläche zu sehen. Der Bruchausgang der untersuchten Probe ist dabei gut erkennbar und liegt ca. 200 μm unter der Oberfläche.

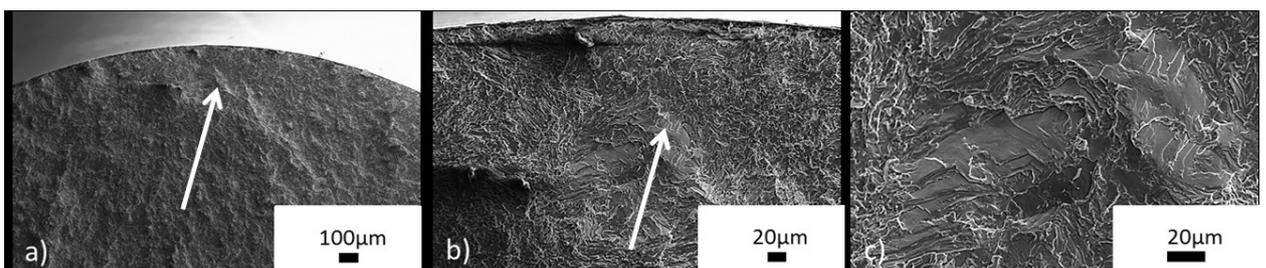


Abbildung 4.21: SED Aufnahmen einer Tellerprobe die bei 750 MPa gebrochen ist mit Bruchausgang unter der Oberfläche.

Bei der detaillierten Betrachtung des Bruchausgangs (Abbildung 4.21 c) fallen glatte treppenförmig angeordnete Flächen auf. Diese treppenartige Struktur und die dadurch erhöhte Rauigkeit sind Hinweis auf den interlamellaren Bruch einer großen α_2/γ -Kolonie. Dabei verläuft die Rissfront entlang der Grenzfläche der Lamellen. Erreicht ein solcher

Gefügebestandteil eine kritische Größe, kann das durchaus zu einem Versagen bei einer Spannung nahe der Dauerfestigkeit führen.

Die Biegeumlaufprüfung aller Proben und die mikroskopische Auswertung der Bruchflächen zeigt, dass die mechanischen Kennwerte der Proben die über den neuen Prozess hergestellt wurden, auf demselben Niveau liegen wie die der Proben aus der Serienproduktion oder darüber. Als Bruchauslöser konnten im Großteil der Proben Gefügebestandteile oder Oberflächenfehler ausgemacht werden. Die Streuung der Werte ist aber nicht sehr groß. Diese einheitliche Verteilung der Messwerte ist ein Hinweis auf ein sehr homogenes Gefüge ohne grobe Festigkeitsunterschiede aufgrund von Mikrostrukturunterschieden. Somit hat die scheinbar inhomogene Verteilung der β_0 Phase, die bei der Grundcharakterisierung der Mikrostruktur aufgefallen ist, keinen Einfluss auf die Dauerfestigkeit. Bei keiner der im REM untersuchten Proben konnte ein Borid oder Boridnest als Bruchauslöser identifiziert werden. Die kleinen Boride, die durch das Aufbrechen der Nester bei der Umformung entstehen, sind demnach so klein, dass sie die Dauerfestigkeit nicht negativ beeinflussen. Um ein kritisches Versagen von Bauteilen unterhalb der Dauerfestigkeit aufgrund ungünstig liegender Boride auszuschließen, wurden metallografische Schliffe von halbierten Durchläuferproben angefertigt. Die Präparation der Proben erfolgte wie bereits in Kapitel 3.4 beschrieben. Diese wurden auf vorhandene Boride und mögliche erhalten gebliebene Boridnester untersucht. Dies speziell an der Oberfläche in der Verjüngung der Probe sowie in der Nähe der Bruchfläche. Die Aufnahmen sind in Abbildung 4.22 zusammengefasst. In Abbildung 4.22 a) sind die Aufnahmen einer Schaftprobe zu sehen. In b) sind die Aufnahmen einer untersuchten Tellerprobe dargestellt.

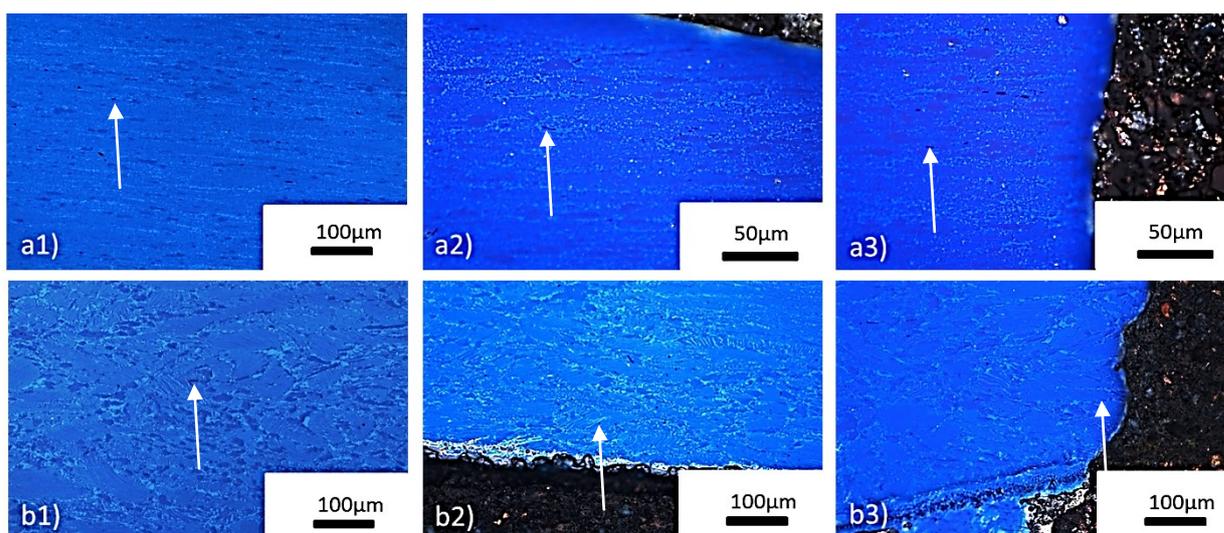


Abbildung 4.22: LIMI-Aufnahmen einer a) Schaftprobe und einer b) Tellerprobe: 1) Zentrum, 2) am Rand und 3) in der Nähe der Bruchfläche.

In a1) ist eine Aufnahme aus der Mitte der Schaftprobe. Die Boride konnten dabei auf der ganzen Probenoberfläche festgestellt werden. Boridnester, wie im Guss/HIP-Gefüge konnten bei keiner untersuchten Durchläuferprobe festgestellt werden. Auch am Rand und in der Nähe der Bruchfläche konnten Boride in der Durchläuferprobe nachgewiesen werden. Einzelne Boride sind in Abbildung 4.22 mit Pfeilen gekennzeichnet. Auch in dieser ungünstigen Lage haben die Boride die Dauerfestigkeit nicht herabgesetzt. In der durchgelaufenen Tellerprobe konnten ebenfalls Boride festgestellt werden. Sie befinden sich überall im Material, auch an der Oberfläche der Verjüngung und in der Nähe der Bruchfläche. Somit haben auch ungünstig gelegene Boride im Bereich des Tellers bei der angelegten Biegeumlaufbelastung nicht zu einem vorzeitigen Versagen unterhalb der Dauerfestigkeit geführt. Weitere lichtmikroskopische Aufnahmen der Biegeumlaufproben sind in Anhang C abgebildet.

4.5 Ergebnisse der Zugversuche

Die Zugversuche wurden, wie bereits in Kapitel 3.7 erwähnt, von Firma GfE Fremat GmbH durchgeführt. Es wurden Schaft- und Tellerproben der ersten und zweiten Lieferung bei Raumtemperatur, 600 °C, 700 °C und 800 °C gezogen. Dabei wurde bei allen Temperaturen die Dehngrenze ($R_{p0,2}$), die Zugfestigkeit (R_m) und die Bruchdehnung (A) ermittelt. In Tabelle 4.4 sind die Ergebnisse der Zugversuche bei Raumtemperatur zusammengefasst. Dabei wurde aus allen Messwerten jeweils ein Mittelwert berechnet.

Tabelle 4.4: Mittelwerte der Ergebnisse der Zugversuche bei RT.

	$R_{p0,2}$ [MPa]	R_m [MPa]	A [%]
Schaft 1	1132	1189	2,5
Schaft 2	1165	1235	2,4
Teller 1	1010	1069	1,1
Teller 2	874	992	2,0

Auffällig ist der Unterschied der Messwerte der beiden Tellerchargen. Die mittlere Bruchdehnung der Tellerproben aus der ersten Lieferung ist deutlich unter der der zweiten Lieferung. Der Grund dafür ist, dass die Proben der ersten Lieferung anders umgeformt wurden als die der zweiten Lieferung. Der Umformprozess wurde im Zuge der Grundcharakterisierung optimiert. Der finale, als seriennah bezeichnete, Umformprozess

kam daher nur bei den Proben der zweiten Lieferung zur Anwendung. Dieser Prozess verbesserte die Bruchdehnung und verminderte gleichzeitig die Dehngrenze und die Zugfestigkeit bei Raumtemperatur. Auf die Werte der Schaftproben hatte diese Optimierung keinen großen Einfluss mehr. Beim Vergleich der beiden Chargen sind die Festigkeitswerte von der ersten auf die zweite Charge leicht gestiegen. Dieser Unterschied ist aber nicht sehr groß. Beim Vergleich der Ergebnisse mit Werten vorangegangener Forschungsarbeiten [67], bei denen Material aus anderen Herstellrouten untersucht wurde, liegen die Werte des in dieser Masterarbeit untersuchten Materials höher. Die Festigkeitswerte der seriennah gefertigten Tellerproben liegen auf demselben Niveau wie die Tellerproben des aktuellen Serienprozesses. Dasselbe gilt für die Bruchdehnung der Tellerproben. Unterschiede gibt es vor allem bei den Schaftproben. Die Festigkeitswerte der Schaftproben der ersten und zweiten Charge übertreffen die des aktuellen Serienprozesses. Die Dehngrenze der Schäfte aus dem aktuellen Serienprozess liegt bei ca. 1090 MPa. Die Werte der untersuchten Proben liegen deutlich darüber. Die Schaftproben der zweiten Charge haben im Mittel eine Dehngrenze, die rund 75 MPa höher ist. Die Bruchdehnung der Schäfte liegt beim aktuellen Prozess bei ca 3%. Dieser Wert ist bei den untersuchten Proben aufgrund der höheren Festigkeit etwas niedriger. Mit rund 2,5% Bruchdehnung sind die Duktilitätsanforderungen, die an das Material gestellt werden, immer noch erfüllt. Ähnliches gilt auch für die Warmzugversuche. In Abbildung 4.23 ist eine Zusammenfassung aller gemessenen Daten der Warmzugversuche und der Zugversuche bei Raumtemperatur dargestellt.

Auch bei den Warmzugversuchen fällt der Unterschied der Festigkeitswerte zwischen den beiden Tellererien auf. Erst bei einer Temperatur von 700 °C fallen die Werte annähernd zusammen. In der Grafik ist gut zu erkennen, dass dies bei den Schaftproben nicht der Fall ist. Diese liegen bei der Dehngrenze und bei der Zugfestigkeit annähernd auf demselben Niveau. Analog dazu liegen Werte der Bruchdehnung der Tellerserie 1 deutlich unter den Werten der zweiten Serie. Bei 700 °C fallen diese zwei Wertegruppen aber nicht zusammen. In Abbildung 4.23 c) ist gut erkennbar, dass die Bruchdehnung der ersten Charge bei 700 °C deutlich höher liegt als die der zweiten Charge der Tellerproben. Sie liegen nämlich im Bereich der Werte der Schaftproben. Bei 800 °C liegen die Werte dann ungefähr auf demselben Niveau. Bei den Schaftproben wiederum ist auch bei der Bruchdehnung kein großer Unterschied zwischen den zwei Serien erkennbar.

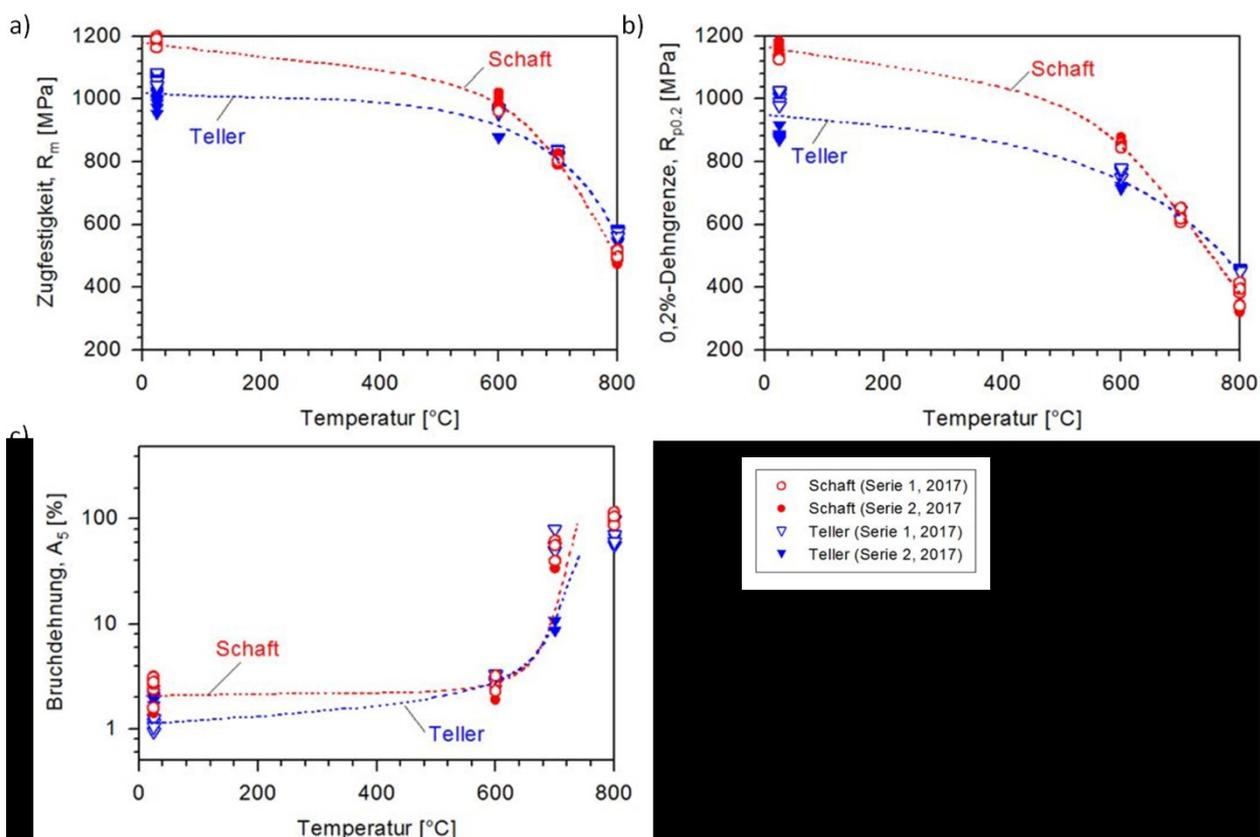


Abbildung 4.23: Zusammenfassende Darstellung der gemessenen Werte der Schaft- und Tellerproben beider Lieferungen. a) Zugfestigkeit R_m ; b) Dehngrenze $R_{p0,2}$; c) Bruchdehnung A_5 .

In den Diagrammen ist gut erkennbar, dass die Werte der Schaftproben bei allen Temperaturen eine geringe Streuung aufweisen. Diese Kombination von guten mechanischen Eigenschaften und der geringen Streuung der Festigkeitswerte und Dehnungen ist ein Hinweis auf ein homogenes Gefüge. Die Werte der Proben zur Simulation des Tellers streuen, vor allem bei Raumtemperatur, ein wenig mehr. Das ist auf das Gefüge des Tellers, das merklich gröber als das Schaftgefüge ist, zurückzuführen. Das Gefüge ist auch der Grund für die niedrigere Festigkeit und die geringeren Dehnungen in diesem Bereich. Anschließend wurden die Bruchflächen der Zugproben und deren Gefüge untersucht. Das Ziel war, kritische bruchauslösende Gefügebestandteile, wie Boride oder grobe Inhomogenitäten, zu identifizieren. Bei diesen Analysen sind keinerlei Unregelmäßigkeiten aufgefallen. Es konnten weder Boride noch andere grobe Gefügebestandteile gefunden werden. Daneben ist auch die Konstanz der Messwerte ein starker Hinweis darauf, dass die Proben nicht aufgrund von überkritischen Fehlern gebrochen sind. Auch die inhomogene Verteilung der β_0 -Phase, die bei der Untersuchung der Mikrostruktur aufgefallen ist, hat demnach keinen deutlich negativen Einfluss auf die Festigkeitseigenschaften des Materials.

4.6 Rissbruchzähigkeit

In diesem Kapitel wird auf Versuche zur Rissbruchzähigkeit und deren Ergebnisse aus einem vorangegangenen Forschungsprojekt eingegangen. Diese Untersuchungen wurden von Leitner et. al. [55] durchgeführt. Dabei wurden vier unterschiedliche Mikrostrukturen auf ihr Bruchverhalten untersucht, um die Ergebnisse mit ihrer R-Kurve in Verbindung zu bringen. Bei dem untersuchten Material handelt es sich um dieselbe TNM Legierungen die auch in dieser Arbeit untersucht wurde. Bei einer der Mikrostrukturen, die im Zuge dieser Forschungsarbeit getestet wurde, handelt es sich um ein nahezu lamellares Gefüge mit einem Anteil an globularem γ im Folgenden mit NL + γ beschrieben. Dieses entspricht daher annähernd dem Guss/HIP-Zustand des in dieser Arbeit untersuchten Materials. Die Proben wurden bei Raumtemperatur und bei 700 °C geprüft. In Abbildung 4.24 sind die gemessenen R-Kurven dargestellt. Detail a) zeigt die Kurve die bei RT gemessen wurde und b) die Kurve, die bei einer Temperatur von 700 °C gemessen wurde. Die blau gefärbte Linie stellt die Kurve jener Mikrostruktur dar, die dem Guss/HIP-Gefüge entspricht. Bei Raumtemperatur weist das NL + γ Gefüge die schlechteste R-Kurve auf. Bei höheren Temperaturen verbessern alle Proben ihr R-Kurven Verhalten. Die Kurve des NL + γ liegt bei einer Temperatur von 700 °C genau zwischen den anderen Kurve. Die Mikrostruktur hat demnach bei höheren Temperaturen ein besseres R-Kurven Verhalten, als Gefüge mit einem hohen Anteil an β_0 -Phase.

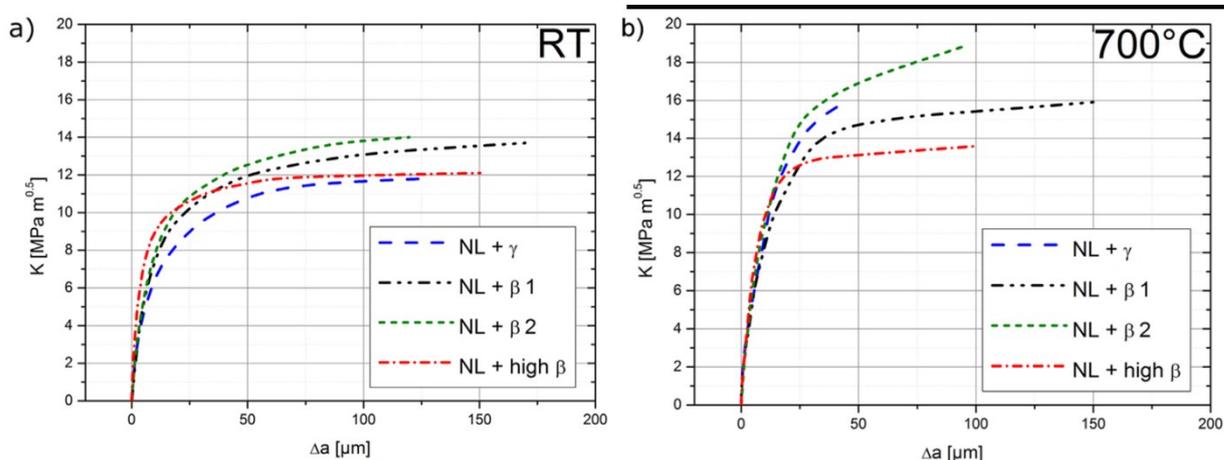


Abbildung 4.24: R-Kurven unterschiedlicher Mikrostrukturen einer TNM Legierung bei a) RT und b) 700 °C [55]. K und Δa bezeichnen den Spannungsintensitätsfaktor und den Rissfortschritt.

In [55] wurden die Bruchflächen der Proben genau analysiert. Im Bereich des induzierten Risses sind die Körner translamellar gebrochen. Im Bereich in dem stabiles und instabiles Risswachstum stattgefunden hat, konnten hauptsächlich interlamellare und intergranulare

Risse festgestellt. Bei der relevanten Mikrostruktur NL + γ erfolgte der Riss der α_2/γ Kolonien interlamellar. Die globularen γ -Körner sind transgranular gebrochen und als flache Spiegel im Bruchbild erkennbar. Diese glatten Flächen sind teilweise unterbrochen von intergranularen Bruchflächen, die auf β_0 an den Korngrenzen zurückzuführen sind. Diese Merkmale konnten auch bei den Rissausgängen der, in der vorliegenden Arbeit untersuchten, Biegeumlaufproben festgestellt werden. Beim Vergleich der Mikrostrukturen, in Bezug auf ihr Bruchverhalten und ihre R-Kurven, ist ein Vorhandsein von globularer γ -Phase wünschenswert. Beides erhöht die Bruchfestigkeit.

4.7 Korrelation der Härte mit der Dehngrenze

Abschließend wurde zur Vervollständigung der grundlegenden Charakterisierung auch die Makrohärte der Zugproben geprüft. Dafür wurden die Teller- und Schaftproben beider Serien mit HV5 geprüft. Auch hier ist ein Unterscheid zwischen den Tellerproben der ersten Charge und jenen der zweiten Charge aufgefallen. Die Härtewerte der Proben der zweiten Serie liegen, analog zu der im Zugversuch ermittelten 0,2%-Dehngrenze, ca. 10-20 HV5 unter dem Wert der ersten Serie. Diese Härtewerte wurden anschließend mit den ermittelten 0,2%-Dehngrenzen korreliert und in einem Diagramm zusammengestellt. Diese Grafik ist in Abbildung 4.25 dargestellt.

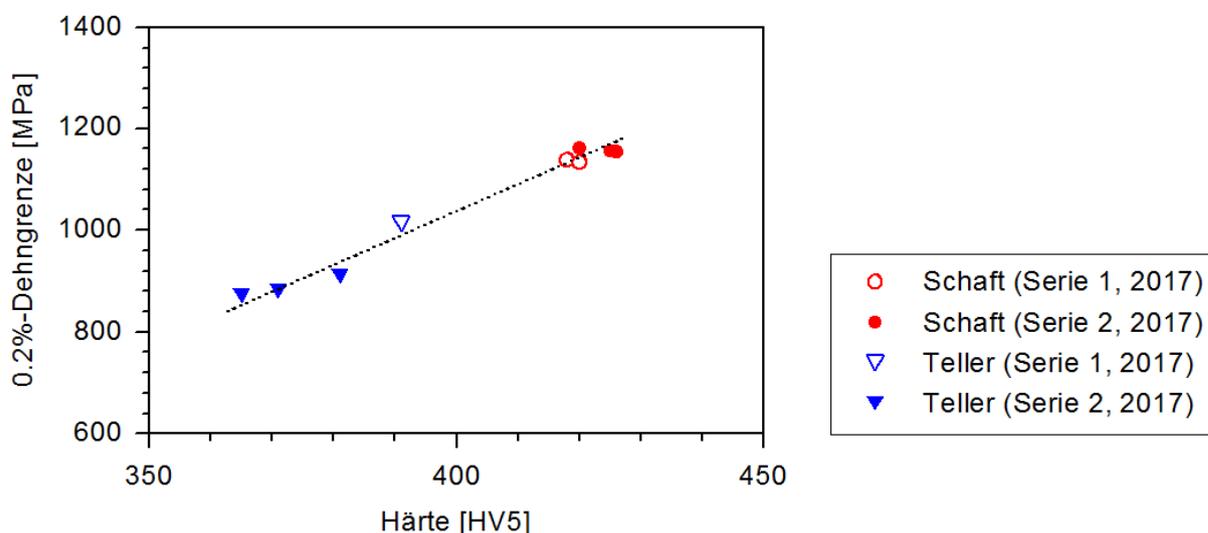


Abbildung 4.25: Korrelation der Härte mit der Dehngrenze der Teller- und Schaftproben beider Serien.

Es ist offensichtlich, dass bei Raumtemperatur bei den untersuchten Proben ein linearer Zusammenhang zwischen der Härte und der 0,2%-Dehngrenze besteht.

5 Zusammenfassung und Ausblick

Aufgrund der schwierigen und aufwändigen Bearbeitbarkeit von TiAl ist eine endkonturnahe Fertigung besonders wichtig. Damit können der notwendige Aufwand verringert und auch die Kosten gesenkt werden. Das von MWR entwickelte Herstellungsverfahren, die sogenannte Ingot d225 Route, macht das möglich. Durch den durchgeführten Extrusionsprozess werden Festigkeit und Zähigkeit bei Raumtemperatur erhöht und auch die Verformbarkeit bei höheren Temperaturen wird verbessert. Zusätzlich wird durch den Umformprozess eine beanspruchungsgerechte Mikrostruktur geschaffen. Aufgrund der hohen Umformgrade im Schaftbereich entsteht ein sehr feines Gefüge, das optimierte Eigenschaften für die in diesem Bereich vorherrschenden dynamischen Wechselbelastungen aufweist. Der Ventilteller, der einen niedrigeren Umformgrad aufweist, besitzt ein gröberes Gefüge. Diese Mikrostruktur ist bei den vorherrschenden hohen Temperaturen wegen der besseren Kriechbeständigkeit vorteilhaft.

Es wurde eine Grundcharakterisierung der Mikrostruktur an Rohlingen aus der **neuen Herstellroute VIM SM d80** durchgeführt. Dabei wurden sowohl der Prozess der Legierungsherstellung als auch der Umformprozess geändert. Zusätzlich zur Gefügecharakterisierung wurden auch mechanische Prüfungen durchgeführt. Die Ergebnisse wurden mit Werten der bereits etablierten Ingot d225 Route verglichen.

Die Anwendung des Kaltwandinduktionstiegelofens zur Herstellung der Legierung ermöglicht es die Qualität des Ausgangsmaterials zu verbessern. Das größere Schmelzbad sorgt für eine homogenere Schmelze und dadurch auch eine erhöhte Homogenität des Gussstabes. Durch die höhere Überhitzung wird die Aufschmelzung des gesamten Materials garantiert. Dadurch kann die Gefahr Ti-reicher Einschlüsse, die beim aktuellen Prozess ein Problem sind, ausgeschlossen werden. Da ein kleinerer Durchmesser für den Abguss gewählt wurde, kann der ganze Umformprozess im Werk der Firma MWR in Großbodungen durchgeführt werden. Das bedeutet eine Unabhängigkeit von Fremdfirmen und eine Reduktion von langen Transportwegen.

Bei der Charakterisierung der drei Gefügestände (Zustand vor der Umformung, nach der ersten Extrusionsstufe und nach der zweiten Extrusionsstufe) konnten die Veränderungen der Mikrostruktur nachverfolgt werden. Der Fokus der Analyse lag auf der Homogenität der Proben und der Identifikation möglicher nichtmetallischer Einschlüsse. Dabei wurde festgestellt, dass grobe inhomogene Bereiche, die im Guss/HIP-Zustand aufgefallen sind, durch die zweistufige Extrusion beseitigt werden können. Boridnester, die überall im Gefüge identifiziert wurden, konnten durch den Umformprozess fragmentiert werden, so dass diese danach in der Größenordnung der globularen γ -Phase vorlagen. Nach der zweiten

Umformstufe lag im Schaftbereich ein homogenes, feines Gefüge ohne lamellare Bestandteile mit kleinen Boriden vor. Im Teller war das Gefüge etwas gröber und lamellare Kolonien waren noch erkennbar.

Um die kritische mechanische Belastung des Ventils zu simulieren wurden Biegeumlaufversuche durchgeführt. Die dabei ermittelte Dauerfestigkeit des Ventilschaftes war höher als die Dauerfestigkeit des Schaftes der Ingot d225 Route. Dadurch konnte gezeigt werden, dass die Dauerfestigkeit trotz des niedrigeren radialen Umformgrades verbessert wurde. Zusätzlich wiesen die Messwerte eine geringe Streuung auf, was ein Hinweis auf ein homogenes Gefüge ist. Bei der Analyse der Bruchflächen konnten inhomogene Bereiche und Boride als Bruchauslöser ausgeschlossen werden. Die Dauerfestigkeit des simulierten Tellers liegt deutlich unter der des Schaftes. Grund dafür ist die gröbere Mikrostruktur. Doch auch bei diesen Proben war die Streuung der Messwerte gering. Auch im Teller konnten keine kritischen Ausreißer festgestellt werden. Ein Vorteil der gröberen Mikrostruktur im Teller ist die dadurch höhere Kriechbeständigkeit.

Zusätzlich zur Biegeumlaufprüfung wurden Zugversuche bei Raumtemperatur und hohen Temperaturen durchgeführt. Dabei wurden die 0,2%-Dehngrenze, die Zugfestigkeit und die Bruchdehnung gemessen. Die Festigkeitswerte des geprüften Schaftmaterials lag deutlich über den Werten der Ingot d225 Route. Durch die höhere Festigkeit sank aber die Bruchdehnung. Sie befindet sich aber noch immer innerhalb der geforderten Spezifikation. Bei den Tellerproben konnte trotz des großen Unterschiedes beim radialen Umformgrad keine große Veränderung der Festigkeiten oder der Bruchdehnung im Vergleich zum aktuellen Serienprozess festgestellt werden. Die Schwankung der Messwerte fiel auch bei der Zugprüfung aufgrund des homogenen Gefüges sehr gering aus. Bei der abschließenden Härteprüfung der Zugproben konnte eindeutig ein linearer Zusammenhang zwischen der Makrohärte und der 0,2%-Dehngrenze gefunden werden.

Die zusammengefassten Ergebnisse der durchgeführten Analysen am TNM-Material, welches mit der neuen Technologie hergestellt wurde, fallen durchwegs positiv aus. Die Produktion über die neue Herstellroute bringt nicht nur mehr Unabhängigkeit von Fremdfirmen und die Möglichkeit zur Wiederverwendung hochwertiger Schrotte. Durch die Einstellung eines homogenen Gefüges konnte eine Verbesserung der mechanischen Eigenschaften erreicht werden. Zusätzlich kann auch die Gefahr von Materialfehlern, wie sie bei der Ingot d225 Route auftreten können, beseitigt werden. Um die neue Herstellroute für den Wettbewerb im Rennsportgeschäft zu qualifizieren, müssen jedoch noch weitere Untersuchungen durchgeführt werden, die im Rahmen dieser zeitlich befristeten Masterarbeit nicht möglich waren.

6 Literaturverzeichnis

- [1] Honda Worldwide | Formula 1 Power Unit Guide | Power Unit Components, available at <http://world.honda.com/Formula-1/powerunit/03/> (accessed on Oktober 2017).
- [2] Federation internationale de l'automobile, Regulations, available at <https://www.fia.com/regulations> (accessed on Oktober 2017).
- [3] H. Clemens, S. Mayer, Design, Processing, Microstructure, Properties, and Applications of Advanced Intermetallic TiAl Alloys, *Advanced Engineering Materials* 15 (4) (2013) 191–215.
- [4] C.T. Liu, J.H. Schneibel, P.J. Maziasz, J.L. Wright, D.S. Easton, Tensile properties and fracture toughness of TiAl alloys with controlled microstructures, *Intermetallics* 4 (6) (1996) 429–440.
- [5] S. Mayer, P. Erdely, F.D. Fischer, D. Holec, M. Kasthuber, T. Klein, H. Clemens, Intermetallic β -Solidifying γ -TiAl Based Alloys – From Fundamental Research to Application, *Adv. Eng. Mater.* 19 (4) (2017) 1600735.
- [6] L. Cha, H. Clemens, G. Dehm, Microstructure evolution and mechanical properties of an intermetallic Ti-43.5Al-4Nb-1Mo-0.1B alloy after ageing below the eutectoid temperature, *International Journal of Materials Research* 102 (6) (2011) 703–708.
- [7] L. Zhang, J. Lin, J. He, J. Yin, X. Ding, Influence of thermal stabilization treatment on the subsequent microstructure development during directional solidification of a Ti–46Al–5Nb alloy, *Intermetallics* 63 (2015) 67–72.
- [8] F. Appel, J.D.H. Paul, M. Oehring, *Gamma Titanium Aluminide Alloys: Science and Technology*, Wiley, Weinheim, 2012.
- [9] D. Dimiduk, Gamma titanium aluminide alloys—an assessment within the competition of aerospace structural materials, *Materials Science and Engineering: A* 263 (2) (1999) 281–288.
- [10] R. Bürgel, H. Jürgen Maier, T. Niendorf, *Handbuch Hochtemperatur- Werkstofftechnik: Grundlagen, Werkstoffbeanspruchungen, Hochtemperaturlegierungen und -beschichtungen*, 4th ed., Vieweg+Teubner Verlag / Springer Fachmedien Wiesbaden GmbH Wiesbaden, Wiesbaden, 2011.
- [11] J.C. Schuster, M. Palm, Reassessment of the binary Aluminum-Titanium phase diagram, *Journal of Phase Equilibria and Diffusion* 27 (3) (2006) 255–277.

- [12] 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: Fundamentals and applications, Wiley-VCH; John Wiley] (distributor), Weinheim, Chichester, 2003.
- [13] E. Schwaighofer, M. Schloffer, T. Schmoelzer, S. Mayer, J. Lindemann, V. Guether, J. Klose, H. Clemens, Influence of Heat Treatments on the Microstructure of a Multi-Phase Titanium Aluminide Alloy, *Practical Metallography* 49 (3) (2012) 124–137.
- [14] F. Appel and M. Oehring, γ -Titanium Aluminide Alloys: Alloy Design and Properties, in: C. Leyens, M. Peters (Eds.), Titanium and titanium alloys: Fundamentals and applications, Wiley-VCH; John Wiley] (distributor), Weinheim, Chichester, 2003.
- [15] E. Schwaighofer, H. Clemens, S. Mayer, J. Lindemann, J. Klose, W. Smarsly, V. Güther, Microstructural design and mechanical properties of a cast and heat-treated intermetallic multi-phase γ -TiAl based alloy, *Intermetallics* 44 (2014) 128–140.
- [16] H. Clemens, W. Wallgram, S. Kremmer, V. Güther, A. Otto, A. Bartels, Design of Novel β -Solidifying TiAl Alloys with Adjustable β / β_2 -Phase Fraction and Excellent Hot-Workability, *Advanced Engineering Materials* 10 (8) (2008) 707–713.
- [17] H. Clemens, H.F. Chladil, W. Wallgram, G.A. Zickler, R. Gerling, K.-D. Liss, S. Kremmer, V. Güther, W. Smarsly, In and ex situ investigations of the β -phase in a Nb and Mo containing γ -TiAl based alloy, *Intermetallics* 16 (6) (2008) 827–833.
- [18] H. Clemens, S. Mayer, Intermetallische γ -Titanaluminid-Basislegierungen aus metallographischer Sicht – eine Fortsetzung, *Practical Metallography* 48 (2) (2011) 64–100.
- [19] M. Kastenhuber, B. Rashkova, H. Clemens, S. Mayer, Enhancement of creep properties and microstructural stability of intermetallic β -solidifying γ -TiAl based alloys, *Intermetallics* 63 (2015) 19–26.
- [20] H. Clemens, S. Mayer, Intermetallic titanium aluminides in aerospace applications – processing, microstructure and properties, *Materials at High Temperatures* 33 (4-5) (2016) 560–570.
- [21] W. Wallgram, T. Schmöelzer, L. Cha, G. Das, V. Güther, H. Clemens, Technology and mechanical properties of advanced γ -TiAl based alloys, *International Journal of Materials Research* 100 (8) (2009) 1021–1030.
- [22] D. Hu, Effect of boron addition on tensile ductility in lamellar TiAl alloys, *Intermetallics* 10 (9) (2002) 851–858.

- [23] E. Schwaighofer, Einfluss von Wärmebehandlungen auf die Mikrostruktur und mechanischen Eigenschaften gegossener und heißisostatisch gepressert TiAl-Legierungen. Diplomarbeit, Leoben, 2010.
- [24] G. Gottstein, Physikalische Grundlagen der Materialkunde, 3rd ed., Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2007.
- [25] U. Hecht, V. Witusiewicz, A. Drevermann, J. Zollinger, Grain refinement by low boron additions in niobium-rich TiAl-based alloys, *Intermetallics* 16 (8) (2008) 969–978.
- [26] M. Oehring, V. Küstner, F. Appel, U. Lorenz, Analysis of the Solidification Microstructure of Multi-Component γ -TiAl Alloys, *Materials Science Forum* 539-543 (2007) 1475–1480.
- [27] T. Klein, S. Niknafs, R. Dippenaar, H. Clemens, S. Mayer, Grain Growth and β to α Transformation Behavior of a β -Solidifying TiAl Alloy, *Advanced Engineering Materials* 17 (6) (2015) 786–790.
- [28] H. Clemens, S. Mayer, Intermetallic Titanium Aluminides as Innovative High Temperature Lightweight Structural Materials – How Materialographic Methods Have Contributed to Their Development, *Practical Metallography* 52 (12) (2015) 691–721.
- [29] N. Cui, F. Kong, X. Wang, Y. Chen, H. Zhou, Hot deformation behavior and dynamic recrystallization of a β -solidifying TiAl alloy, *Materials Science and Engineering: A* 652 (2016) 231–238.
- [30] F.J. Humphreys, M. Hatherly, Recrystallization and related annealing phenomena, Pergamon Press, Oxford, 2004.
- [31] W. Weißbach, Werkstoffkunde und Werkstoffprüfung, 15th ed., Vieweg+Teubner Verlag, Wiesbaden, s.l., 2004.
- [32] E.J. Mittemeijer, Fundamentals of Materials Science: The Microstructure-Property Relationship Using Metals as Model Systems, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2011.
- [33] L. Cheng, H. Chang, B. Tang, H. Kou, J. Li, Deformation and dynamic recrystallization behavior of a high Nb containing TiAl alloy, *Journal of Alloys and Compounds* 552 (2013) 363–369.
- [34] H. Jiang, S. Zeng, A. Zhao, X. Ding, P. Dong, Hot deformation behavior of β phase containing γ -TiAl alloy, *Materials Science and Engineering: A* 661 (2016) 160–167.
- [35] H.T. Jiang, S.W. Zeng, S.W. Tian, B. Wu, A.M. Zhao, Z.H. Xia, Microstructural Evolution and Dynamic Recrystallization Behavior of β - γ TiAl-based Alloy during Hot Compression, *Advanced Engineering Materials* 19 (2) (2017) 1600546.

- [36] E. Schwaighofer, H. Clemens, J. Lindemann, A. Stark, S. Mayer, Hot-working behavior of an advanced intermetallic multi-phase γ -TiAl based alloy, *Materials Science and Engineering: A* 614 (2014) 297–310.
- [37] F. Godor, R. Werner, J. Lindemann, H. Clemens, S. Mayer, Characterization of the high temperature deformation behavior of two intermetallic TiAl–Mo alloys, *Materials Science and Engineering: A* 648 (2015) 208–216.
- [38] T. Schmoelzer, K.-D. Liss, M. Rester, K. Yan, A. Stark, M. Reid, M. Peel, H. Clemens, Dynamic Recovery and Recrystallization during Hot-Working in an Advanced TiAl Alloy, *Practical Metallography* 48 (12) (2011) 632–642.
- [39] A. Gaitzenauer, A. Stark, D. Gosslar, H. Clemens, S. Mayer, Microstructure and Texture Evolution in an Intermetallic β -Stabilized TiAl Alloy During Forging and Subsequent Isothermal Annealing, *Advanced Engineering Materials* 16 (4) (2014) 445–451.
- [40] S. Bolz, M. Oehring, J. Lindemann, F. Pyczak, J. Paul, A. Stark, T. Lippmann, S. Schrüfer, D. Roth-Fagaraseanu, A. Schreyer, S. Weiß, Microstructure and mechanical properties of a forged β -solidifying γ TiAl alloy in different heat treatment conditions, *Intermetallics* 58 (2015) 71–83.
- [41] J. Li, Y. Liu, Y. Wang, B. Liu, Y. He, Dynamic recrystallization behavior of an as-cast TiAl alloy during hot compression, *Materials Characterization* 97 (2014) 169–177.
- [42] H.F. Chladil, H. Clemens, A. Otto, V. Güther, S. Kremmer, A. Bartels, R. Gerling, Charakterisierung einer β -erstarrenden γ -TiAl-Basislegierung, *BHM Berg- und Hüttenmännische Monatshefte* 151 (9) (2006) 356–361.
- [43] D. Radaj, M. Vormwald, *Ermüdungsfestigkeit: Grundlagen für Ingenieure*, 3rd ed., Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2007.
- [44] G. Hénaff, A.-L. Gloanec, Fatigue properties of TiAl alloys, *Intermetallics* 13 (5) (2005) 543–558.
- [45] J. Ding, Y. Liang, X. Xu, H. Yu, C. Dong, J. Lin, Cyclic deformation and microstructure evolution of high Nb containing TiAl alloy during high temperature low cycle fatigue, *International Journal of Fatigue* 99 (2017) 68–77.
- [46] A.L. Gloanec, G. Henaff, M. Jouiad, D. Bertheau, P. Belaygue, M. Grange, Cyclic deformation mechanisms in a gamma titanium aluminide alloy at room temperature, *Scripta Materialia* 52 (2) (2005) 107–111.

- [47] A. Sharman, D. Aspinwall, R. Dewes, D. Clifton, P. Bowen, The effects of machined workpiece surface integrity on the fatigue life of γ -titanium aluminide, *International Journal of Machine Tools and Manufacture* 41 (11) (2001) 1681–1685.
- [48] J. Lindemann, A. Kutzsche, M. Oehring, F. Appel, Influence of Mechanical Surface Treatments on the Fatigue Performance of the Gamma TiAl Alloy Ti-45Al-9Nb-0.2C, *Materials Science Forum* 539-543 (2007) 1553–1558.
- [49] P. Jones, D. Eylon, Effects of conventional machining on high cycle fatigue behavior of the intermetallic alloy Ti-47Al-2Nb-2Cr (at.%), *Materials Science and Engineering: A* 263 (2) (1999) 296–304.
- [50] S.J. Trail, P. Bowen, Effects of stress concentrations on the fatigue life of a gamma-based titanium aluminide, *Materials Science and Engineering: A* 192-193 (1995) 427–434.
- [51] H. Hertel, *Ermüdungsfestigkeit der Konstruktionen*, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 1969.
- [52] J. Schijve, Fatigue of structures and materials in the 20th century and the state of the art, *International Journal of Fatigue* 25 (8) (2003) 679–702.
- [53] D. Gross, T. Seelig, *Bruchmechanik: Mit einer Einführung in die Mikromechanik*, 4th ed., Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2007.
- [54] K. Heckel, *Einführung in die technische Anwendung der Bruchmechanik*, 2nd ed., Hanser, München, 1983.
- [55] T. Leitner, M. Schloffer, S. Mayer, J. Eßlinger, H. Clemens, R. Pippan, Fracture and R-curve behavior of an intermetallic β -stabilized TiAl alloy with different nearly lamellar microstructures, *Intermetallics* 53 (2014) 1–9.
- [56] M. Achtermann, W. Fürwitt, V. Güther, H.-P. Nicolai US 8668760 B2, 2014.
- [57] M. Vogt, Einsatz des KIT zum Schmelzen von TiAl. Dissertation, Hannover, 2001.
- [58] F. Appel, M. Oehring, R. Wagner, Novel design concepts for gamma-base titanium aluminide alloys, *Intermetallics* 8 (9-11) (2000) 1283–1312.
- [59] H.-P. Nicolai and Chr. Liesner, Investment Casting of Titanium, in: C. Leyens, M. Peters (Eds.), *Titanium and titanium alloys: Fundamentals and applications*, Wiley-VCH; John Wiley] (distributor), Weinheim, Chichester, 2003.
- [60] X. Wu, Review of alloy and process development of TiAl alloys, *Intermetallics* 14 (10-11) (2006) 1114–1122.

- [61] V. Raghavan, Al-Fe-Ti (aluminum-iron-titanium), *Journal of Phase Equilibria and Diffusion* 23 (4) (2002) 367–374.
- [62] MWR, Datenblatt, Halver, Deutschland, 2015.
- [63] M. Schloffer, T. Schmoelzer, S. Mayer, E. Schwaighofer, G. Hawranek, F.-P. Schimansky, F. Pyczak, H. Clemens, The Characterisation of a Powder Metallurgically Manufactured TNM™ Titanium Aluminide Alloy Using Complimentary Quantitative Methods, *Practical Metallography* 48 (11) (2011) 594–604.
- [64] G.F. Vander Voort, *Metallography, principles and practice*, ASM International, Materials Park, OH, 1999.
- [65] V.N.E. Robinson, Imaging with backscattered electrons in a scanning electron microscope, *Scanning* 3 (1) (1980) 15–26.
- [66] L. Reimer, M. Riepenhausen, Detector strategy for secondary and backscattered electrons using multiple detector systems, *Scanning* 7 (5) (1985) 221–238.
- [67] M. Burtscher, Mikrostrukturelle und mechanische Charakterisierung von TiAl Rennsportventilen. Diplomarbeit, Leoben, 2015.

Anhang A

Auflistung aller Proben und Kennzeichnung der durchgeführten Untersuchungen.

Probe	Charge	Zustand	Name	Test	Position	Härte	Stereo	LIMI	REM	REM F	BUP
1	173021A3	Guss/HIP	K1	Gefüge	-	x	-	x	-	-	-
2	173021A3	Guss/HIP	M1	Gefüge	-	x	-	x	x	-	-
3	173021A3	Guss/HIP	F1	Gefüge	-	x	-	x	-	-	-
4	173021A3	Guss/HIP	KM_K1	Gefüge	-	x	-	x	-	-	-
5	173021A3	Guss/HIP	KM1	Gefüge	-	x	-	x	-	-	-
6	173021A3	Guss/HIP	KM_M1	Gefüge	-	x	-	x	x	-	-
7	173021A3	Guss/HIP	MF_M1	Gefüge	-	x	-	x	x	-	-
8	173021A3	Guss/HIP	MF1	Gefüge	-	x	-	x	-	-	-
9	173021A3	Guss/HIP	MF_F1	Gefüge	-	x	-	x	-	-	-
10	181099AR1	Ingot	U1	Gefüge	-	x	-	x	x	-	-
11	181099AR1	Ingot	U2	Gefüge	-	x	-	x	-	-	-
12	181099AR1	Ingot	U3	Gefüge	-	x	-	x	-	-	-
13	181099AR1	Ingot	U4	Gefüge	-	x	-	x	x	-	-
14	181099AR1	Ingot	U5	Gefüge	-	x	-	x	-	-	-
15	181099AR1	Ingot	U11	Gefüge	-	x	-	x	-	-	-
16	181099AR1	Rohling	R6	Gefüge	-	x	-	x	-	-	-
17	181099AR1	Rohling	R7	Gefüge	-	x	-	x	-	-	-
18	181099AR1	Rohling	R8	Gefüge	-	x	-	x	-	-	-
19	181099AR1	Rohling	R9	Gefüge	-	x	-	x	-	-	-
20	181099AR1	Rohling	R10	Gefüge	-	x	-	x	-	-	-
21	173021A3	Rohling	R12,5	Gefüge	-	x	-	x	-	-	-
22	173021A3	Rohling	R13,4	Gefüge	-	x	-	x	-	-	-
23	191369R16	Guss/HIP	K2	Gefüge	-	x	-	x	-	-	-
24	191369R16	Guss/HIP	M2	Gefüge	-	x	-	x	-	-	-
25	191369R16	Guss/HIP	F2	Gefüge	-	x	-	x	-	-	-
26	191369R16	Guss/HIP	KM_K2	Gefüge	-	x	-	x	-	-	-
27	191369R16	Guss/HIP	KM2	Gefüge	-	x	-	x	-	-	-
28	191369R16	Guss/HIP	KM_M2	Gefüge	-	x	-	x	-	-	-
29	191369R16	Guss/HIP	MF_M2	Gefüge	-	x	-	x	-	-	-
30	191369R16	Guss/HIP	MF2	Gefüge	-	x	-	x	-	-	-
31	191369R16	Guss/HIP	MF_F2	Gefüge	-	x	-	x	-	-	-
32	173021A3	Rohling	B1a	BUP	Schaft	-	x	-	-	x	x
33	173021A3	Rohling	B2a	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
34	173021A3	Rohling	B3a	BUP	Schaft	-	-	x	x	-	x
35	173021A3	Rohling	B4a	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
36	173021A3	Rohling	B5a	BUP	Schaft	-	-	x	x	-	x
37	173021A3	Rohling	B6a	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
38	173021A3	Rohling	B7a	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
39	173021A3	Rohling	B8a	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
40	173021A3	Rohling	B9a	BUP	Schaft	-	x	-	-	x	x
41	173021A3	Rohling	B10a	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
42	173021A3	Rohling	B11a	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
43	173021A3	Rohling	B12a	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
44	173021A3	Rohling	B13a	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
45	173021A3	Rohling	B14a	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
46	173021A3	Rohling	B15a	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
47	173021A3	Rohling	B16a	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
48	173021A3	Rohling	B17a	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
49	173021A3	Rohling	B18a	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
50	173021A3	Rohling	B19a	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
51	173021A3	Rohling	B20a	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
52	173021A3	Rohling	B21a	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
53	173021A3	Rohling	B22a	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
54	173021A3	Rohling	B23a	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
55	173021A3	Rohling	B24a	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
56	173021A3	Rohling	B25a	BUP	Schaft	-	-	-	-	x	x
57	173021A3	Rohling	B26a	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
58	173021A3	Rohling	B27a	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x

59	173021A3	Rohling	B28a	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
60	173021A3	Rohling	B29a	BUP	Schaft	-	-	-	-	x	x
61	173021A3	Rohling	B30a	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
62	173021A3	Rohling	B31a	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
63	173021A3	Rohling	B32a	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
64	173021A3	Rohling	B33a	BUP	Schaft	-	-	x	-	-	x
65	173021A3	Rohling	B34a	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
66	173021A3	Rohling	B35a	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
67	173021A3	Rohling	B36a	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
68	173021A3	Rohling	B37a	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
69	173021A3	Rohling	B1Ta	BUP	Teller	-	-	-	-	-	x
70	173021A3	Rohling	B2Ta	BUP	Teller	-	-	x	x	-	x
71	173021A3	Rohling	B3Ta	BUP	Teller	-	-	-	-	-	x
72	173021A3	Rohling	B4Ta	BUP	Teller	-	-	-	-	-	x
73	173021A3	Rohling	B5Ta	BUP	Teller	-	-	-	-	-	x
74	173021A3	Rohling	B6Ta	BUP	Teller	-	-	-	-	-	x
75	173021A3	Rohling	B7Ta	BUP	Teller	-	-	-	-	-	x
76	173021A3	Rohling	B8Ta	BUP	Teller	-	-	-	-	-	x
77	173021A3	Rohling	B9Ta	BUP	Teller	-	-	-	-	-	x
78	173021A3	Rohling	B10Ta	BUP	Teller	-	-	-	-	-	x
79	173021A3	Rohling	B11Ta	BUP	Teller	-	-	-	-	-	x
80	173021A3	Rohling	B12Ta	BUP	Teller	-	-	-	-	-	x
81	173021A3	Rohling	B13Ta	BUP	Teller	-	-	-	-	-	x
82	173021A3	Rohling	B14Ta	BUP	Teller	-	-	-	-	-	x
83	173021A3	Rohling	B15Ta	BUP	Teller	-	-	-	-	-	x
84	173021A3	Rohling	B16Ta	BUP	Teller	-	-	-	-	-	x
85	173021A3	Rohling	B17Ta	BUP	Teller	-	-	-	-	-	x
86	191369R16	Rohling	B1b	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
87	191369R16	Rohling	B2b	BUP	Schaft	-	-	x	-	-	x
88	191369R16	Rohling	B3b	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
89	191369R16	Rohling	B4b	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
90	191369R16	Rohling	B5b	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
91	191369R16	Rohling	B6b	BUP	Schaft	-	-	x	-	-	x
92	191369R16	Rohling	B7b	BUP	Schaft	-	-	-	-	x	x
93	191369R16	Rohling	B8b	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
94	191369R16	Rohling	B9b	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
95	191369R16	Rohling	B10b	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
96	191369R16	Rohling	B11b	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
97	191369R16	Rohling	B12b	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
98	191369R16	Rohling	B13b	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
99	191369R16	Rohling	B14b	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
100	191369R16	Rohling	B15b	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
101	191369R16	Rohling	B16b	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
102	191369R16	Rohling	B17b	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
103	191369R16	Rohling	B18b	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
104	191369R16	Rohling	B19b	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
105	191369R16	Rohling	B20b	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
106	191369R16	Rohling	B21b	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
107	191369R16	Rohling	B22b	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
108	191369R16	Rohling	B23b	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
109	191369R16	Rohling	B24b	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
110	191369R16	Rohling	B25b	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
111	191369R16	Rohling	B26b	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
112	191369R16	Rohling	B27b	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
113	191369R16	Rohling	B28b	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
114	191369R16	Rohling	B29b	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	x
115	191369R16	Rohling	B30b	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	-
116	191369R16	Rohling	B31b	BUP	Schaft	-	-	-	-	-	-
117	191369R16	Rohling	B1TV5	BUP	Teller	-	-	-	-	-	x
118	191369R16	Rohling	B2TV5	BUP	Teller	-	-	-	-	-	x
119	191369R16	Rohling	B3TV5	BUP	Teller	-	-	-	-	-	x
120	191369R16	Rohling	B4TV5	BUP	Teller	-	-	-	-	-	x
121	191369R16	Rohling	B5TV5	BUP	Teller	-	-	-	-	-	x
122	191369R16	Rohling	B6TV5	BUP	Teller	-	-	-	-	-	x
123	191369R16	Rohling	B7TV5	BUP	Teller	-	-	-	-	-	x
124	191369R16	Rohling	B8TV5	BUP	Teller	-	-	-	-	-	x
125	191369R16	Rohling	B9TV5	BUP	Teller	-	-	-	-	-	x

126	191369R16	Rohling	B10TV5	BUP	Teller	-	-	-	-	-	x
127	191369R16	Rohling	B11TV5	BUP	Teller	-	-	-	-	-	x
128	191369R16	Rohling	B12TV5	BUP	Teller	-	-	-	-	-	x
129	191369R16	Rohling	B1TV6	BUP	Teller	-	-	-	-	-	x
130	191369R16	Rohling	B2TV6	BUP	Teller	-	-	-	-	-	x
131	191369R16	Rohling	B3TV6	BUP	Teller	-	-	-	-	-	x
132	191369R16	Rohling	B4TV6	BUP	Teller	-	-	-	-	-	x
133	191369R16	Rohling	B5TV6	BUP	Teller	-	-	-	-	-	x
134	191369R16	Rohling	B6TV6	BUP	Teller	-	-	-	-	-	x
135	191369R16	Rohling	B7TV6	BUP	Teller	-	-	-	-	-	x
136	191369R16	Rohling	B8TV6	BUP	Teller	-	-	-	-	-	x
137	191369R16	Rohling	B9TV6	BUP	Teller	-	-	-	-	-	x
138	191369R16	Rohling	B10TV6	BUP	Teller	-	-	-	-	-	x
139	191369R16	Rohling	B11TV6	BUP	Teller	-	-	-	-	-	x
140	191369R16	Rohling	001-22	Gefüge	-	-	-	x	-	-	-
141	191369R16	Rohling	007-23	Gefüge	-	-	-	x	-	-	-
142	191369R16	Rohling	008-21	Gefüge	-	-	-	x	-	-	-
143	191369R16	Rohling	003-22	Gefüge	-	-	-	x	-	-	-

Anhang B

Material nach der ersten Extrusionsstufe:

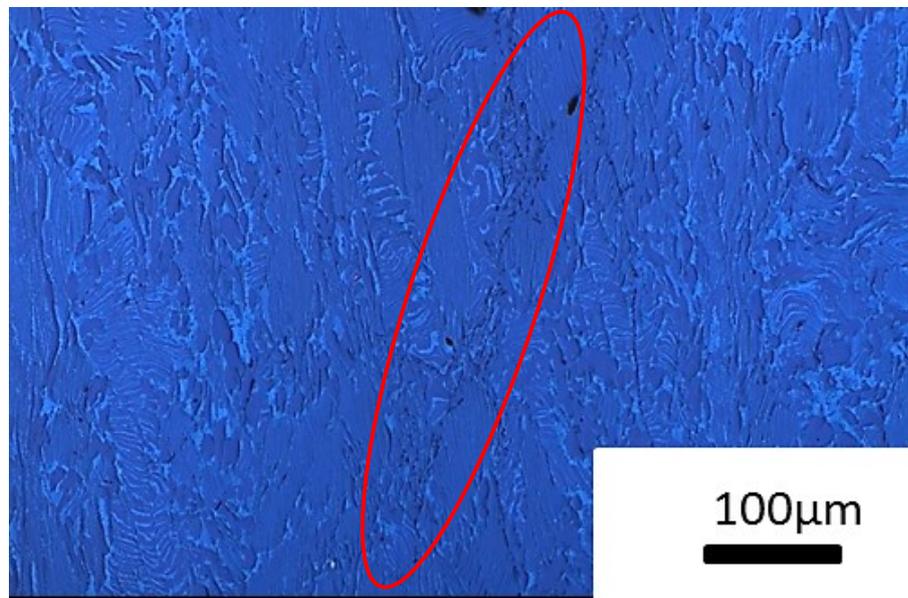


Abbildung B.1: LIMI Aufnahme von einem Segment aus der Mitte des Ingots. In der Aufnahme ist ein Borid markiert. Das Borid selbst ist keine zusammenhängende Linie (Ausscheidung) mehr.

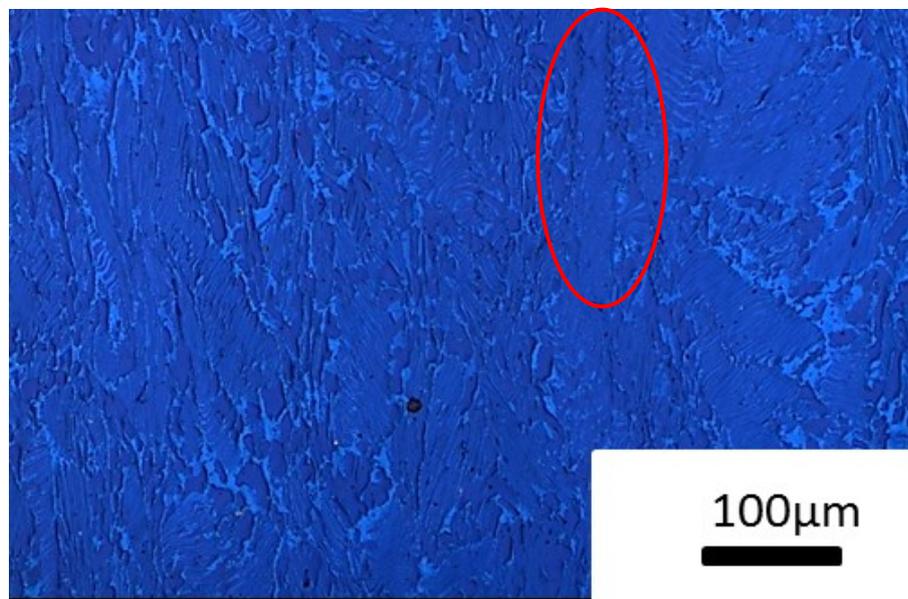


Abbildung B.2: LIMI Aufnahme von einem Segment aus der Mitte des Ingots. In der Aufnahme ist ein Borid markiert. Auch dieses Borid ist nicht mehr als zusammenhängende Linie (Ausscheidung) erkennbar.

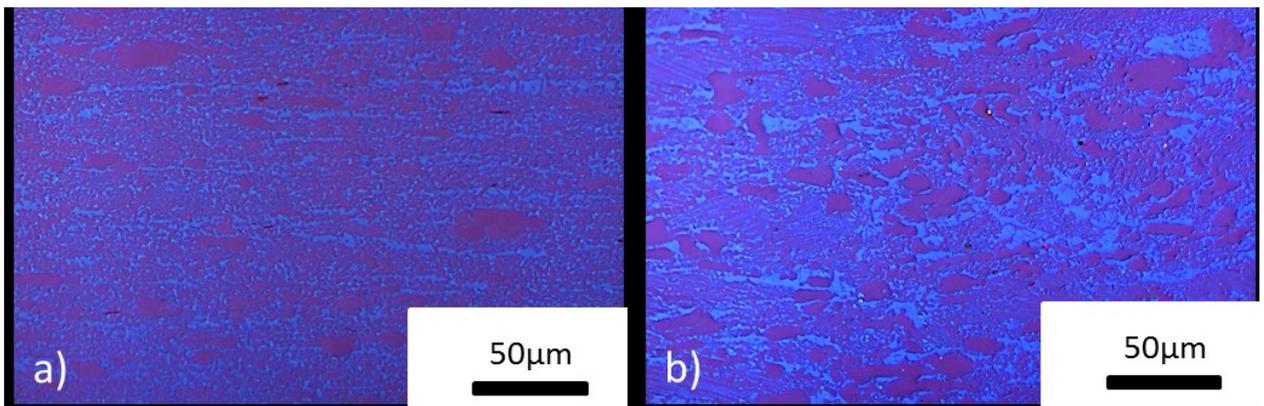
Material nach der zweiten Extrusionsstufe:

Abbildung B.3: LIMI Aufnahme eines Rohlings aus der Prototypenfertigung. a) Detailaufnahme vom Gefüge im Schaft; b) Detailaufnahme vom Gefüge im Teller.

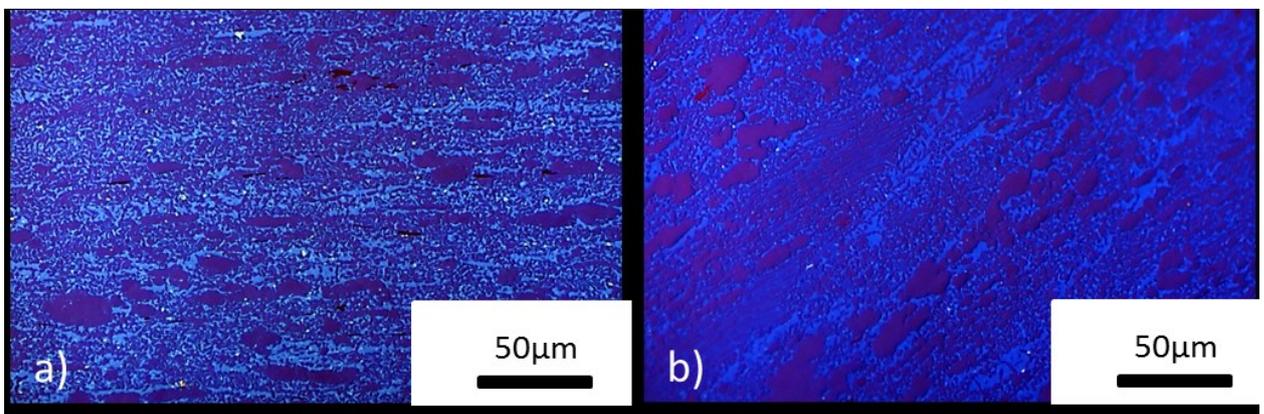


Abbildung B.4: LIMI Aufnahme eines seriennah gefertigten Rohlings aus der ersten Lieferung. a) Detailaufnahme vom Gefüge im Schaft; b) Detailaufnahme vom Gefüge im Teller des Rohlings.

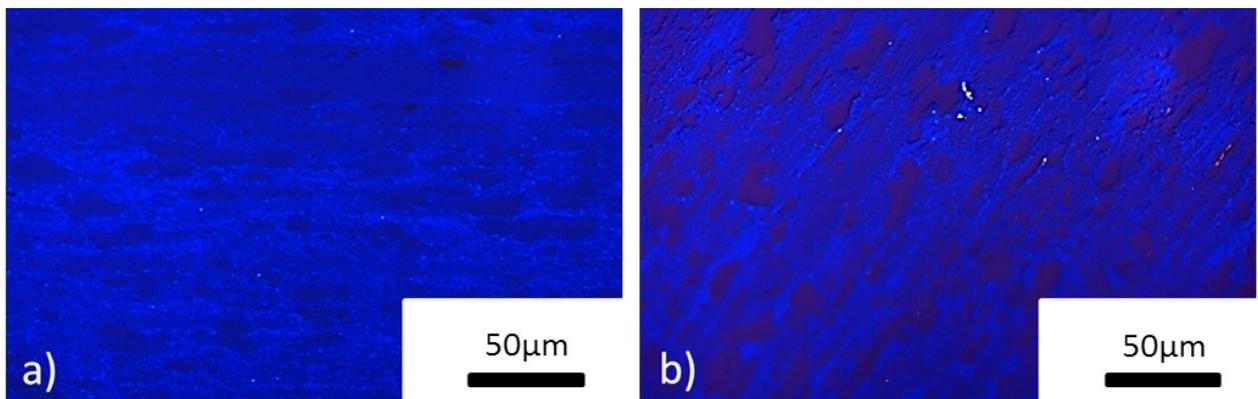


Abbildung B.5: LIMI Aufnahme einer seriennah gefertigten Rohlings aus der zweiten Lieferung. a) Detailaufnahme vom Gefüge im Schaft des Rohlings; b) Detailaufnahme vom Gefüge im Teller.

Anhang C

Biegeumlaufproben des Schaftmaterials:

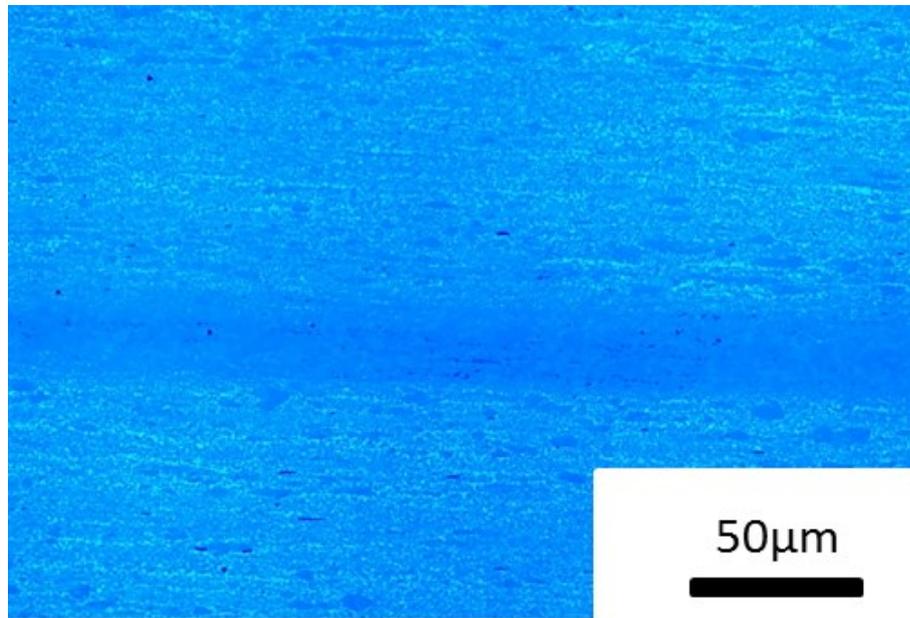


Abbildung C.1: LIMI Aufnahme vom Gefüge einer durchgelaufenen Schaftprobe. Im Zentrum der Probe konnte ein inhomogener Bereich mit einem geringen Anteil an β_0 festgestellt werden.

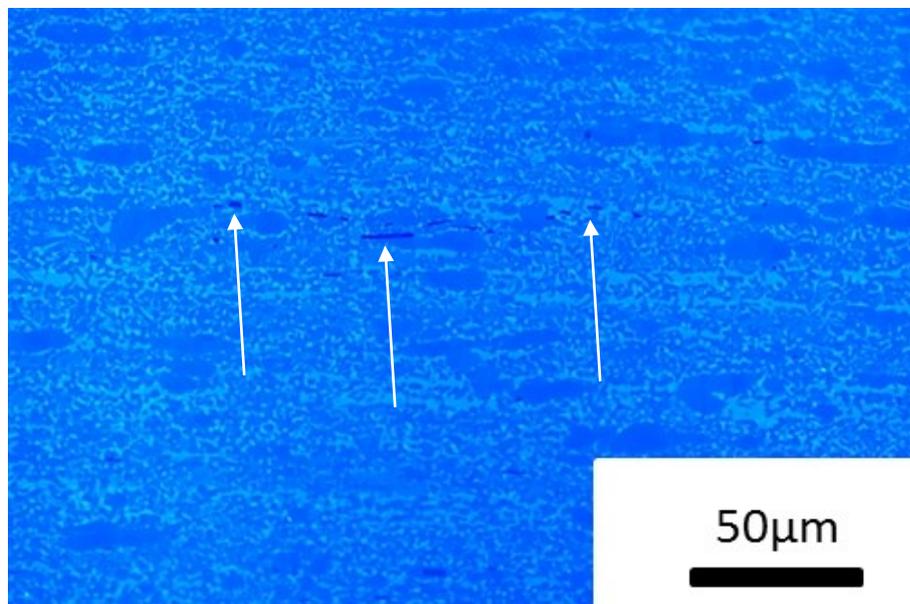


Abbildung C.2: LIMI Aufnahme einer durchgelaufenen Schaftprobe. In der Detailaufnahme sind Boride mit Pfeilen markiert.

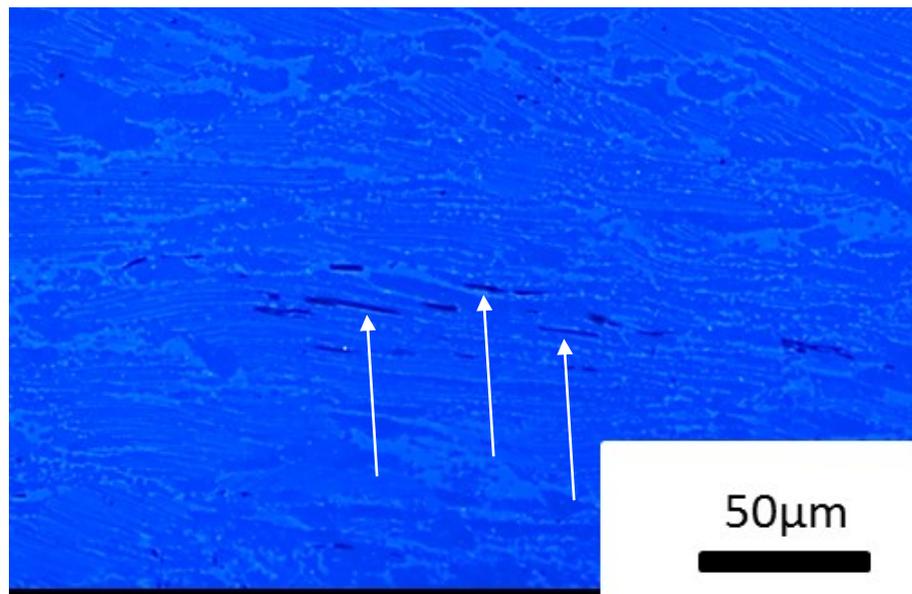
Biegeumlaufproben des Tellermaterials:

Abbildung C.3: LIMI Aufnahme einer durchgelaufenen Tellerprobe. In der Detailaufnahme sind Boride mit Pfeilen markiert.

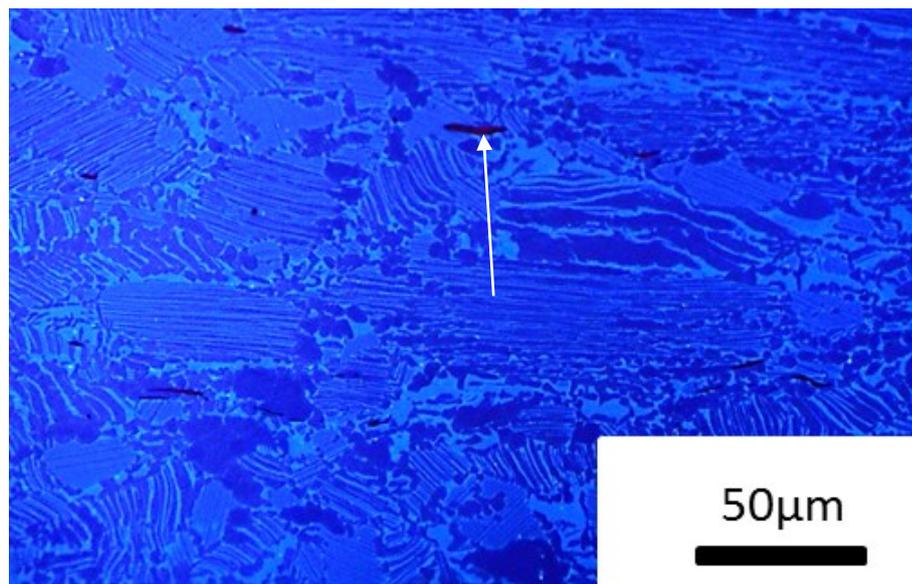


Abbildung C.4: LIMI Aufnahme einer durchgelaufenen Tellerprobe. In der Detailaufnahme sind ebenfalls Boride zu sehen.