

## Lehrstuhl für Metallkunde und metallische Werkstoffe

Masterarbeit

Mikrostrukturelle Charakterisierung von Titanblechen zum Personenschutz

# Alexander Philipp Janda, BSc

Oktober 2019



## EIDESSTATTLICHE ERKLÄRUNG

Ich erkläre an Eides statt, dass ich diese Arbeit selbständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt, und mich auch sonst keiner unerlaubten Hilfsmittel bedient habe.

Ich erkläre, dass ich die Richtlinien des Senats der Montanuniversität Leoben zu "Gute wissenschaftliche Praxis" gelesen, verstanden und befolgt habe.

Weiters erkläre ich, dass die elektronische und gedruckte Version der eingereichten wissenschaftlichen Abschlussarbeit formal und inhaltlich identisch sind.

Datum 02.09.2019

Unterschrift Verfasser/in Alexander Philipp, Janda Matrikelnummer: 01435194

## Danksagungen

An erster Stelle möchte ich meinen Betreuern Frau Assoz. Prof. Dr. Svea Mayer und Herrn Univ.-Prof. Dr. Helmut Clemens, vom Department Werkstoffwissenschaft, Lehrstuhl für Metallkunde und metallische Werkstoffe, für das Vertrauen danken, welches mir den Zugang zu diesem Thema im Zuge meiner Masterarbeit verschafft hat, so wie für die konstruktive Betreuung, die stets in Anspruch genommen werden konnte. Hierbei sind auch das Verständnis und die, vor allem, terminliche Flexibilität hinsichtlich meines, während der Erstellung dieser Arbeit, noch laufenden Studiums zu betonen.

Ebenso meine ausdrückliche Dankbarkeit möchte ich gegenüber den Beteiligten des Industriepartners voestalpine Böhler Bleche GmbH & Co KG aussprechen. Das Projektteam rund um Herrn Dr. Ingo Siller, insbesondere Herr Dipl.-Ing. Stefan Ebenbauer und Frau Dipl.-Ing. Aude Prestl, sorgte sich um eine unkomplizierte, entgegenkommende Zusammenarbeit und permanente Bereitstellung aktueller Informationen und sämtlichen Probenmaterials. Bei Herrn Dipl.-Ing. Harald Lehofer bedanke ich mich an dieser Stelle für die Korrektur seitens der Firma.

Des Weiteren zu erwähnen ist das Team für Titanwerkstoffe des Lehrstuhls Metallkunde und metallische Werkstoffe. Besonders meine Kollegen Dipl.-Ing. Reinhold Wartbichler und Dipl.-Ing. David Wimler begleiteten viele Messungen und Arbeitsschritte und konnten mir mit ihren zahlreichen Ratschlägen das Voranschreiten an diesem Thema um einiges erleichtern. Frau Dr. Petra Erdely konnte mir wertvolle Inputs im Bereich der Texturanalyse geben und führte mich an gegebene Fachliteratur heran.

Eine wichtige Stütze während der Arbeiten stellten außerdem sämtliche technische Angestellte des Departments für Werkstoffwissenschaft, aber auch das Sekretariat für die organisatorischen Anliegen, dar.

Meine Eltern, Geschwister und meine Freundin hervorhebend, möchte ich mich außerdem noch aufrichtig bei meinem familiären Umfeld bedanken. Der ständige Rückhalt, die immer wieder einmal notwendige Rücksichtnahme und der hundertprozentige Zuspruch gegenüber meiner Ausbildung in Leoben konnten mich gerade in der abschließenden Phase des Studiums ungemein motivieren. Danke, dass ich immer auf Euch zählen kann.

## Inhaltsverzeichnis

Eidesstattl	iche Erklärung	I
Danksagur	ngen	
Inhaltsverz	zeichnis	
Abkürzung	sverzeichnis	V
1. Einlei	tung und Motivation	1
2. Theor	etische Grundlagen	2
2.1 T	Fitan und seine Legierungen	3
2.1.1	Grundlagen	3
2.1.2	Phasenumwandlungen	6
2.1.3	Legierungstypen	7
2.2 (	Gebräuchliche Gefüge und Herstellrouten von Ti $lpha$ + $eta$ -Legierungen	12
2.2.1	Lamellares Gefüge	12
2.2.2	Globulares Gefüge	15
2.2.3	Bimodales Gefüge	17
2.2.4	"Mill-annealed" Gefüge	20
2.2.5	Weitere mögliche Gefügeeinstellungen	22
2.2.6	Grade 38 (Ti-4Al-2.5V-1.5Fe)	23
2.3 T	Texturen in Titanlegierungen	25
2.3.1	Walztexturen von $\alpha$ + $\beta$ -Legierungen	26
2.3.2	Einfluss der Textur auf das mechanische Verhalten	27
2.4 N	Metallkundliche Beurteilung ballistischer Blecheigenschaften	28
2.4.1	Theoretische Grundlagen	28
2.4.2	Korrelation zu mechanischen Kennwerten	30
2.4.3	Titanlegierungen als beschusssichere Werkstoffe	33
3. Exper	imentelles	35
3.1 l	Jntersuchte Legierungen	35

	3.2	Chemische Analysen	35
	3.3	Wärmebehandlungen	35
	3.4	Metallographische Präparation	36
	3.5	Rasterelektronenmikroskopie	37
	3.6	Texturanalyse	37
	3.7	Röntgendiffraktometrie	38
	3.8	Dynamische Differenzkalorimetrie	38
	3.9	Mechanische Werkstoffprüfung	38
4.	Erge	bnisse	10
	4.1	Chemische Analyse	10
	4.2	Mikrostrukturelle Untersuchung	11
	4.2.2	1 Lichtmikroskopische Untersuchung	11
	4.2.2	2 Bestimmung der Phasenanteile	16
	4.2.3	3 Rasterelektronenmikroskopische Untersuchung	16
	4.2.4	4 Texturanalyse mittels Elektronenrückstreubeugung	50
	4.3	Dynamische Differenzkalorimetrie	52
	4.4	Mechanische Werkstoffprüfung	54
	4.4.2	1 Härtemessung	54
	4.4.2	2 Zugversuche	56
5.	Disk	ussion	58
6.	Zusa	ammenfassung	54
Li	Literaturverzeichnis		

# Abkürzungsverzeichnis

α	hexagonale Phase des Titans		
<b>α</b> Prim	primär ausgeschiedene α-Phase		
$\alpha_{Sek}$	sekundär ausgeschiedene α-Phase		
α'	hexagonaler Martensit		
α''	orthorhombischer Martensit		
α <sub>2</sub>	geordnete intermetallische Phase mit D019-Struktur		
β	kubisch-raumzentrierte Phase des Titans		
APR	Allgemeine Prüfgrundlagen für ballistische Material-, Konstruktions- und Produktprüfungen		
bcc	kubisch-raumzentriert (engl.: body-centered cubic)		
CP-Ti	kommerziell reines Titan (engl.: commercial pure titanium)		
DSC	dynamische Differenzkalorimetrie (engl.: differencial scanning calorimetry)		
EB	Elektronenstrahl (engl.: electron beam)		
EBSD	Elektronenrückstreubeugung (engl.: electron back scatter diffraction)		
EDX	energiedispersive Röntgenspektroskopie (engl. energy dispersive X-ray spectroscopy)		
ERV	Sprengstoffresistente Fahrzeuge (engl.: explosive resistant vehicles)		
FIB	Fokussierter Ionenstrahl (engl.: focused ion beam)		
hex	hexagonal		
IPF	Inverse Polfigur (engl.: inverse pole figure)		
KG	Korngröße		
krz	kubisch-raumzentriert		
m%	Massenprozent		
Ms	Martensitstarttemperatur		
ME	Masseneffizienz (engl.: mass efficiency)		
ND	Normalrichtung (engl.: normal direction)		
OZ	Ordnungszahl		

PSE	Periodensystem der Elemente
R <sub>xx</sub>	Rekristallisation
RD	Walzrichtung (engl.: rolling direction)
REM	Rasterelektronenmikroskop
STANAG	Standardisierungsübereinkommen (engl.: standardization agreement)
Τβ	β-Transustemperatur
TD	Querrichtung (engl.: transversal direction)
vaBBG	voestalpine Böhler Bleche GmbH & Co KG
VAR	Vakuum-Lichtbogenumschmelzen (engl.: vacuum arc remelting)
VPAM	Vereinigung der Prüfstellen für angriffshemmende Materialien und Konstruktionen
wh	walzhart
XRD	Röntgenbeugung (engl.: X-ray diffraction)

## 1. Einleitung und Motivation

Voestalpine Böhler Bleche GmbH & Co KG, angesiedelt am Standort Mürzzuschlag in der Steiermark, gilt als weltweit führender Hersteller von kreuzgewalzten Edelstahlblechen [1]. Außerdem im Produktportfolio der Firma enthalten sind Bleche und Blechzuschnitte aus Werkzeugstahl, Schnellarbeitsstahl, korrosions- und hitzebeständigem Stahl sowie aus Werkstoffen für die Luftfahrt, beispielsweise Nickelbasislegierungen wie und Titanlegierungen. Titanwerkstoffe, deren Prozessführung von der Bramme bis zum fertigen Blechprodukt ihren eigenen Anforderungen und besonderer Aufmerksamkeit bedarf gewinnen dabei zunehmend an Bedeutung. Im Zuge der Entwicklung und Charakterisierung von Blechen für Schutzanwendungen, im Speziellen Blechpanzerungen als Innenschutz von Fahrzeugen, die ballistischen Schutz bieten, soll der Werkstoff Titan auf Basis der am weitesten verbreiteten Legierung Ti-6Al-4V eingehend untersucht werden und basierend auf diesen Kenntnissen Produktlösungen aufgebaut werden. Längerfristiges Ziel ist es dabei die Prozessparameter beim Walzen, der nachfolgenden Wärmebehandlungen, sowie den Einfluss des Vormaterials zu verstehen, damit die gewünschten mechanischen Eigenschaften zuverlässig und nach Maß eingestellt werden können.

Zu Beginn dieser Masterarbeit standen drei warmgewalzte Bleche zur Verfügung, die in der vorliegenden Form als beschusshemmende Werkstoffe gelten. Die Hauptaufgabe dieser Arbeit war es nun eine mikrostrukturelle Charakterisierung dieser Bleche, genauer gesagt von zwei Ti-6Al-4V-Legierungen und einer Ti-4Al-2.5V-1.5Fe-Legierung (m%), durchzuführen. Darüber hinaus wurde eine weitere, ebenfalls warmgewalzte, Probe mit bekannter Vorgeschichte und Wissen über das Vormaterial untersucht um den direkten Vergleich mit den drei am Markt verfügbaren Legierungen anzustellen.

Um Aufschluss über die Grenzbelastungen unter Extrembedingungen wie im erwähnten Anwendungsfall zu erhalten, da kaum Korrelationen zu den klassischen mechanischen Blecheigenschaften bekannt sind, ist ein zweites Ziel dieser Arbeit dahingehend ein tieferes Verständnis aufzubauen. In einer Literaturstudie wurden bekannte Ansätze und Lösungen aufgezeigt um eine Aussage über die Schutzwirkung treffen zu können.

## 2. Theoretische Grundlagen

Das Übergangsmetall Titan mit der Ordnungszahl 22 aus der 4. Nebengruppe des PSE zählt mit einer Dichte von 4.5 g/cm<sup>3</sup> auch zur Klasse der Leichtmetalle und ist neben einer hohen spezifischen Festigkeit bekannt für seine hohe Korrosions- und Temperaturbeständigkeit. Der Schmelzpunkt liegt bei 1670°C. Einen Überblick über die wichtigsten Eigenschaften gibt Tabelle 1 [2]. Mit einem Gehalt in der Erdkruste von etwa 0.6 % ist es das am vierthäufigsten vorkommende Konstruktionsmetall hinter Aluminium, Eisen und Magnesium. Die wichtigsten mineralischen Träger sind die Erze Rutil (TiO<sub>2</sub>) und Ilmenit (FeTiO<sub>3</sub>). Von der ersten Entdeckung (1791 Cornwall, UK) bis zur industriellen Gewinnung durch den Kroll-Prozess (1937-1940, Luxemburg) bedurfte es über eineinhalb Jahrhunderte. Eine große Schwierigkeit bei der Handhabung besteht in der hohen Affinität des Elements zu Sauerstoff und Stickstoff. Der Kroll-Prozess, bei welchem TiCl<sub>4</sub> mit Hilfe von Mg bei Temperaturen von ca. 800-900°C und Schutzgasatmosphäre zu Ti reduziert wird, ist bis heute ein gängiges Verfahren geblieben. Der starke Aufschwung in der Forschung und Entwicklung von Titan folgte bald nach Ende des zweiten Weltkrieges, als bei annehmbarer Verfügbarkeit eine wirtschaftlich großtechnische Produktion von Titan gelang und durch die besonderen Eigenschaften sich sogleich potenzielle Anwendungen ergaben. So kam es, dass ab 1950 zunehmend Legierungssysteme, allen voran Ti-Al, entwickelt wurden und in vielen Varianten Einsatz fanden. Beispiele für die Einsatzgebiete sind die Luft- und Raumfahrt, die chemische Industrie, die Medizintechnik sowie der Energieerzeugungssektor, wo besonders die Korrosionsbeständigkeit von Vorteil ist, und mittlerweile sind auch zahlreiche Projekte bekannt, wo technisch reines Titan als Konstruktionswerkstoff, insbesondere für den Leichtbau diente. Ein sehr breites Anwendungsfeld bietet darüber hinaus der Hochleistungsbereich (Automobil, Sport, Militär ...), wo der höhere Preis dieses Metalls in Kauf genommen wird [2,3].

Structure prototype	Mg	
Pearson symbol	hP2	
Space group	P63/mmc	
β-transus temperature	882 °C	
Lattice parameters	a=0.295 nm	
63	c=0.468 nm	
	c/a=1.587	
Thermal expansion coefficient [10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup> ]	8.36	
Thermal conductivity [W/mK]	14.99	
Specific heat capacity [J/kgK]	523	
Electrical resistance [10 <sup>-9</sup> Ωm]	564.9	
Elastic modulus [GPa]	115	
Shear modulus [GPa]	44	
Poisson's ratio	0.33	

Tabelle 1: Physikalische Eigenschaften von hochreinem polykristallinem  $\alpha$ -Titan [2].

## 2.1Titan und seine Legierungen

#### 2.1.1 Grundlagen

Titanlegierungen sind nach ASTM in Grade 1-Grade 39 eingeteilt. Grade 1-4 stellen dabei die Reintitansorten dar, wobei Grade 1 die reinste, d.h. duktilste Sorte ist und Grade 4 mit den meisten Verunreinigungen auch die höchste Festigkeit dieser vier Grades aufweist. Für diese vier Titangüten gilt, dass mit steigender Ziffer der zu erwartende Sauerstoffgehalt (m%) zunimmt. Daneben sind aber auch die maximalen Gehalte von N, H, C und Fe geregelt (vgl. mit ASTM B265 08b).

Die mit Abstand am meisten verwendete Titanlegierung (mehr als 50% Marktanteil, Stand 2003 [2]) ist Ti-6Al-4V oder auch Titan "Grade 5". Die chemische Zusammensetzung für Grade 5 ist wie folgt:

Element	Min	Max
Aluminum	5.5	6.75
Vanadium	3.5	4.5
Iron		0.3
Oxygen		0.2
Carbon		0.08
Nitrogen		0.05
Hydrogen		0.015
Yttrium		0.005
Other Elements, each		0.1
Other Elements, general		0.4
Titanium	remainder	remainder

Tabelle 2: Chemische Zusammensetzung Ti-6Al-4V [4] (alle Angaben in Prozent der Gesamtmasse).

Auf Grund der in dieser Arbeit durchgeführten Charakterisierung einer Legierung des Grades 38, sei auch dafür die chemische Zusammensetzung aufgezeigt.

Element	Min	Max
Aluminum	3.5	4.5
Vanadium	2	3
Iron	1.2	1.8
Oxygen	0.20	0.3
Carbon		0.08
Nitrogen		
Hydrogen		0.015
Yttrium		
Other Elements, each		0.1
Other Elements, general		0.4
Titanium	remainder	remainder

Tabelle 3: Chemische Zusammensetzung Ti-4Al-2.5V-1.5Fe [4] (alle Angaben in Prozent der Gesamtmasse).

In seiner reinen Form und die Mehrzahl der Titanlegierungen liegen bei Raumtemperatur als  $\alpha$ -Mischkristall, dem sogenannten  $\alpha$ -Ti, vor und wandelt bei etwa 882°C zu  $\beta$ -Titan (kubischraumzentriert) um. Der Gehalt der interstitiell und substitutionell gelösten Atome beeinflusst die  $\beta$ -Transustemperatur jedoch stark, wodurch die Legierungselemente des Titans in neutrale,  $\alpha$ -stabilisierende und  $\beta$ -stabilisierende Elemente unterteilt werden (siehe Kapitel 2.1.3). Abb. 1 zeigt die Elementarzellen der beiden Kristallstrukturen mit den jeweiligen Gitterparametern. Daneben sind auch die dichtest-gepackten Ebenen hervorgehoben, (0001) aus der Basalebenenfamilie, (10 $\overline{10}$ ) eine der drei sogenannten Prismenebenen und (10 $\overline{11}$ ) als Vertreter der sechs Pyramidenebenen. Im kubisch-raumzentrierten  $\beta$ -Ti ist mit der (110) Ebene in schraffierter Form eine der dichtest-gepackten Ebenen dieses Kristallsystems zu sehen. Die Gitterkonstante a=0.332nm gilt für T=900°C [2,3].



Abbildung 1:  $\alpha$ - und  $\beta$ -Kristallstruktur mit den wichtigen Gleitebenen und -richtungen [2].

Anhand des angegebenen Achsverhältnis c/a=1.587 von  $\alpha$ -Titan (hex) ist zu erkennen, dass dieses kleiner ist als c/a=1.633 der "idealen" dichtest-gepackten, hexagonalen Kristallstruktur. Der damit verbundene, vergrößerte Abstand zwischen den Prismen- und Pyramidenebenen im  $\alpha$ -Titan führt zu einer geringeren Peierlsspannung die proportional e<sup>-(d/b)</sup> ist, mit d als Netzebenabstand und b als Burgers-Vektor. Die plastische Verformung, welche mit der Bewegung von Versetzungen auf atomaren Ebenen einhergeht, kann auf Grund der verringerten Peierlsspannung auch auf den Prismenebenen und Pyramidenebenen ablaufen.

In der hexagonalen Phase sind die Hauptgleitrichtungen die drei dichtest-gepackten Richtungen der Familie  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  in der Basalebene (0001). Die Gleitrichtung ist ebenso in den drei Prismenebenen der Familie  $\{10\bar{1}0\}$  und ebenso in den sechs pyramidalen  $\{10\bar{1}1\}$  Ebenen enthalten (Abb. 3), die, wie bereits erwähnt, auf Grund c/a < 1.63 auch zur Verfügung stehen. Aus diesen zwölf Gleitsystemen resultieren acht unabhängige, wovon jedoch nur vier übrigbleiben, da die Formänderung während der kombinierten Gleitung von den Systemen <  $11\bar{2}0 > / (0001)$  und <  $11\bar{2}0 > / \{10\bar{1}0\}$  wiederum auf die unabhängigen Gleitsysteme des Systems <  $11\bar{2}0 > / \{10\bar{1}1\}$  führt. Das von-Mises Kriterium für plastische Deformation verlangt nach fünf unabhängigen Gleitsystemen. Die Begründung, wieso das als schwer umformbarer Werkstoff geltende  $\alpha$ -Titan überhaupt plastisch verformbar ist, liegt in der Verformungszwillingsbildung und in sekundären Gleitsystemen die aber vor allem erst bei höheren Temperaturen aktiv werden [2].



Abbildung 2: Die drei in  $\alpha$ -Ti aktivierbaren Gleitebenen mit gemeinsamer Gleitrichtung im hexagonalen Kristallgitter [2].

Durch die Anisotropie des hexagonalen Kristallgitters, werden besonders die elastischen Eigenschaften beeinflusst. Wie in [2] gezeigt, variiert der E-Modul von einem  $\alpha$ -Titan-Einkristall in Abhängigkeit des Prüfwinkels  $\gamma$  (Winkel zwischen c und der Belastungsrichtung) von 145GPa ( $\gamma$ =0°C) bis zu 100GPa ( $\gamma$ =90°C), siehe Abb. 3. Für polykristalline Werkstoffe kann dies bereits auf eine starke Richtungsabhängigkeit der elastischen Eigenschaften mit der Textur hinweisen.



Abbildung 3: E-Modul eines  $\alpha$ -Ti-Einkristalls in Abhängigkeit des Neigungswinkels  $\gamma$  [2].

#### 2.1.2 Phasenumwandlungen

Zwischen  $\alpha$ (hex) und  $\beta$ (krz) besteht eine Burgers-Beziehung [2]:

$$\{0001\}_{\alpha} \mid\mid \{110\}_{\beta}$$
  
 $< 11\overline{2}0 >_{\alpha} \mid\mid < 1\overline{1}1 >_{\beta}$ 

Diese Beziehung gilt sowohl für die diffusionsgesteuerte Umwandlung, als auch für die martensitische Umwandlung in die tetragonale Martensitform  $\alpha'$ . Beim Abkühlen auf T<T<sub> $\beta$ </sub> stehen dem krz- $\beta$ -Kristall damit zwölf Orientierungsmöglichkeiten zur Verfügung in die hexagonale  $\alpha$ -Struktur umzuwandeln [2].

Bei langsamer Abkühlung dienen  $\beta$ -Korngrenzen als Keimstellen für die dazu inkohärente  $\alpha$ -Phase [3]. Nachdem sich ein durchgängiger  $\alpha$ -Saum an den Korngrenzen gebildet hat, bilden sich bei weiter fallender Temperatur schließlich  $\alpha$ -Lamellen, mit Ausgangspunkten an der  $\beta$ -Korngrenze und der bereits existierenden  $\alpha$ -Phase, radial in das  $\beta$ -Korn aus. Sie reichen bis maximal zur Hälfte des Korns, bis sie auf andere entstehende Lamellenpakete treffen. Es entsteht unter strikter Einhaltung der Burgers-Beziehung eine typisches Korbgeflecht-Gefüge (Abb. 4a). Umso schneller die Abkühlung stattfindet, desto schmäler und kleiner werden die  $\alpha$ -Kolonien und sie sind nicht mehr Lage durch den halben  $\beta$ -Kristall zu wachsen, jedoch können weitere Lamellenpakete ausgehend von primären Lamellen keimen, dass schließlich ein in der Literatur als Widmannstättenstruktur bezeichnetes Gefüge auftritt.



Abbildung 4: a) Lamellengefüge durch langsame Abkühlung der Legierung Ti-6Al-4V, b) martensitisches Gefüge, 1050°C + Wasserabschrecken [2].

Das diffusionslose Umklappen des krz  $\beta$ -Gitters in das hexagonale  $\alpha$ -Gitter erfolgt bei ausreichend schneller Abkühlgeschwindigkeit von Temperaturen oberhalb der Martensit-Starttemperatur M<sub>s</sub>. Der entstehende Martensit  $\alpha'$  kann in zwei unterschiedlichen Erscheinungsformen auftreten. Der Lattenmartensit, mit größeren Bereichen (50-100µm) paralleler  $\alpha$ '-Plättchen (0.5-1.0 $\mu$ m) gleicher Orientierungsbeziehung, tritt bei eher hohen M<sub>S</sub>-Temperaturen auf, wohingegen der nadelige Martensit (Abb. 4, rechts) als zufällige Verteilung von  $\alpha$ '-Plättchen verschiedener Burgers-Beziehungen in Erscheinung tritt. Dieser Typ des Martensits tritt bei Legierungen mit höherem Legierungsgehalt von  $\beta$ -Stabilisatoren (siehe Kapitel 2.1.3.) auf und damit niedrigerer  $M_s$ . Die  $\alpha$ -Stabilisatoren verschieben  $M_s$  dagegen weiter nach oben. Für beide Formen des Martensits gilt, dass der schnellen Abkühlung wegen, ein hoher Gehalt an  $\beta$ -Stabilisatoren in den  $\alpha$ '-Zonen verbleibt und, dass im Zuge der Umwandlung eine hohe Versetzungsdichte und auch Zwillinge eingebracht werden. Deshalb wandelt der übersättigte Martensit bei einer Wärmebehandlung im  $\alpha+\beta$ -Phasenfeld an Versetzungen zu  $\alpha+\beta$  um, indem feine inkohärente  $\beta$ -Partikel ausgeschieden werden. Bei noch höherem Legierungsgehalt kann die hexagonale α'-Form aus kristallographischer Sicht nicht mehr aufrechterhalten werden und es bildet sich ein Martensit mit orthorhombischer Struktur, α".

Die Martensitstarttemperatur von CP Titanium liegt etwa bei 850°C. Wie in [2] hervorgehoben weist  $\alpha'$  eine geringere Härte auf als jener vom Fe-C-System. Grund dafür sei, dass bei Titanlegierungen der Sauerstoff als wichtigstes interstitielles Element, weitaus weniger elastische Verzerrung verursacht, als der Kohlenstoff im Stahl [2, 3].

#### 2.1.3 Legierungstypen

Durch Legierungselemente werden, neben auftretender Mischkristallverfestigung, die Phasengebiete der  $\alpha$  und  $\beta$  Mischkristalle unterschiedlich beeinflusst. Die einzelnen Einflüsse sind aus [2] übernommen und zusammengefasst:

α-Stabilisatoren:	Al, O, N, C
$\beta$ (isomorph)-Stabilisatoren:	V, Mo, Nb, Ta
$\beta$ (eutektoid)-Stabilisatoren:	Fe, Mn, Cr, Ni, Cu, Si, H
neutrale Legierungselemente	7r Sn



Abbildung 5: Einfluss der Legierungselemente auf die Phasenbereiche von Ti-Legierungen [3].

Da im Rahmen dieser Arbeit, mit Ti-6Al-4V und Ti-4Al-2.5V-1.5Fe nur ausschließlich  $\alpha$ + $\beta$ Legierungen untersucht wurden, wird im nächsten Abschnitt lediglich ein kurzer Überblick der verschiedenen anderen Grundtypen, wie CP Titan,  $\alpha$ -Legierungen, near- $\alpha$ -Legierungen und  $\beta$ -Legierungen, gegeben. Die Erarbeitung der  $\alpha$ + $\beta$ -Legierungen erfolgt wiederum in einem eigenen Kapitel (2.2).

Das Phasendiagramm in Abb. 6 zeigt die Ausbildung der einzelnen Phasenbereiche für das Ti-Al-V System.



Abbildung 6: Dreidimensionales Zustandsschaubild des Ti-Al-V Systems [2] (schematisch).

#### <u>CP und α-Titanlegierungen</u>

Besonders die hohe Korrosionsbeständigkeit der CP Grades 1-4 macht diese Klasse zu attraktiven Werkstoffen der chemischen Industrie, wo vor allem Behälter und Rohre daraus konstruiert werden. Auch eine gute Schweißbarkeit ist hier gegeben. Auf Grund der resultierenden längeren Lebensdauer, ist damit auch der zeitbezogene Preis nicht höher als jener von chemisch beständigen Stahltypen.

In der formgebenden Verarbeitung wird bei CP-Titan auf thermomechanische Behandlung gesetzt, da mit dem geringen Gehalt an Legierungselementen, ohnehin lediglich die Korngröße und die Textur eingestellt werden können; die Mikrostruktur bei diesen Werkstoffen jedoch kaum von den Wärmebehandlungen beeinflusst wird.



Abbildung 7: a)  $\alpha$ -Gefüge mit fein dispers verteilter  $\beta$ -Phase (CP Grade 3, 0.15m% Fe), b) Verformungszwillinge in CP-Titan [3].

Auf der linken Seite der Abb. 7 ist das  $\alpha$ -Ti Gefüge, mit fein dispers verteilter  $\beta$ -Phase, zu erkennen. Das  $\beta$ -Ti existiert, auf Grund der verbleibenden Menge an Fe (wird ebenso wie O, mit steigender Nummerierung mehr) in den CP Grades, welches mit seiner geringen Löslichkeit in der hexagonalen Phase als  $\beta$ -Stabilisator gilt (Abb. 5). Der Vorteil der krz-Phase ist, dass durch sie die  $\alpha$ -Korngrenzen gepinnt werden, was zur Folge hat, dass die Korngröße bei der Rekristallisation kontrolliert wird. Ein feineres Korn wirkt nach Hall-Petch der gering ausfallenden Festigkeit dieser Legierungstypen entgegen. Ein größeres Korn erleichtert hingegen die Zwillingsbildung in der  $\alpha$ -Phase, was die Umformbarkeit erhöht (rechtes Bild, Abb. 7). Ein weiterer Vorteil der  $\beta$ -Phase ist, dass sie eine höhere Löslichkeit für Wasserstoff hat, was die Versprödung durch TiH<sub>2</sub> verhindert. Die lokal in dieser spröden Titandihydrid-Phase gebildeten Risse können sich in die  $\alpha$ -Matrix ausbreiten [2].

Die Verfestigungsmechanismen auf Kosten der Umformbarkeit sind Kaltverformung, Mischkristallverfestigung, Kornfeinung und Ausscheidungshärtung. Höchste Festigkeiten bei

diesen Legierungen wurden durch Erhöhen des Sauerstoffgehalts in Grade 4 mit 655MPa angegeben [2]. Allgemein ist auch die besonders hohe Texturabhängigkeit der Eigenschaften zu nennen, da überwiegend die anisotrope hexagonale Phase die Elastizität bestimmt. Weiter verstärkt wird dieser Effekt im Ti-Al-System, da das substitutionell angesiedelte Aluminium das  $\alpha$ -Gitter, relativ zum des  $\alpha$  des Reintitans, staucht (vgl. Kapitel 2.1.1) [2].

#### <u>Near-α-Legierungen</u>

Die near- $\alpha$ -Legierungen zählen mit Einsatztemperaturen von 500°C-550°C zu den Hochtemperaturwerkstoffen. Durch einen geringen  $\beta$ -Gehalt bleibt die Kriechbeständigkeit erhalten und trotzdem können entsprechende Legierungen von den ausgewogenen mechanischen Eigenschaften, etwa einer hohen Festigkeit ähnlich jener eines  $\alpha$ + $\beta$ -Gefüges, profitieren. Der kubisch-raumzentrierte  $\beta$ -Mischkristall zeigt deshalb ein kriechanfälligeres Verhalten, weil das im Vergleich zum dichteren hexagonalen  $\alpha$ -Mischkristall, offenere Gitter in Abhängigkeit der Temperatur um bis zu zwei Größenordnungen höhere Diffusionsraten zulässt [2].

Um die Festigkeit und das Kriechverhalten zu erhöhen wird in den meisten near- $\alpha$  Legierungen Silizium als Legierungselement verwendet. Die gebildeten Silizide finden sich an den  $\alpha/\alpha$ -Korngrenzen oder an  $\alpha/\beta$ -Lamellengrenzen und erschweren dort die Gleitung und das Klettern. In  $\alpha+\beta$  Legierungen ist das nicht notwendig, da ein hoher Anteil  $\alpha/\beta$ -Großwinkelkorngrenzen, die stabiler zueinander sind, vorhanden ist. Einsatz finden near- $\alpha$ Legierungen dort wo konventionelle Legierungen wie Ti-6Al-4V auf Grund der zu geringen Kriechbeständigkeit, etwa bei T < 400°C [3], nicht mehr verwendet werden können [2,3].

#### <u>β-Ti-Legierungen</u>

Spricht man von  $\beta$ -Ti-Legierungen ist eine Legierungsklasse gemeint mit hinreichend hohem Gehalt an  $\beta$ -stabilisierenden Elementen, deren martensitische Umwandlung beim Abschrecken auf Raumtemperatur verhindert wird und weshalb die metastabile  $\beta$ -Phase Hauptbestandteil des Gefüges bleibt. Ein hoher  $\beta$ -Anteil bedeutet bessere Umformbarkeit beim Schmieden. Eine Ausscheidung der  $\alpha$ -Phase kann feinverteilt im Gefüge und an Korngrenzen vorkommen, die starken Einfluss auf Festigkeit, Duktilität und Bruchzähigkeit haben. Dadurch besitzen  $\beta$ -Legierung ein hohes Potenzial zum Härten. Hochfeste  $\beta$ -Legierungen befinden sich nahe der  $\alpha$ + $\beta$ / $\beta$ -Grenze und weisen einen hohen Anteil an  $\alpha$  auf, hingegen stärker stabilisierte  $\beta$ -Legierungen befinden sich weiter rechts im  $\beta$ -Phasenfeld, mit einem höheren Mo-Äquivalent. Das Mo-Äquivalten wird in [3] angegeben mit:

$$Mo - \ddot{A}quivalent = Mo\% + 0.2 Ta\% + 0.28 Nb\% + 0.4 W\% + 0.67 V\%$$
$$+ 1.25 Cr\% + 1.25 Ni\% + 1.7 Mn\% + 1.7 Co\% + 2.5 Fe\% (m\%)$$

Die Korrosionsbeständigkeit ist etwas geringer als jene von CP und  $\alpha$ -Titan und hängt von der jeweiligen Legierung ab, die Löslichkeit für H ist jedoch vergleichsweise hoch. Die Bandbreite der thermomechanischen Behandlung und darüber einstellbaren Gefügemodifikation, die für β-Legierungen eingesetzt wird, ist sehr groß. Es wird an dieser Stelle nicht näher auf diese eingegangen [3]. Die mechanischen Eigenschaften der metastabilen β-Legierungen sind damit weitreichend einstellbar und 0.2%-Dehngrenze betragen von 900 bis zu über 1400 MPa und sind beispielhaft dargestellt in Abb. 8. Zu beachten sind dabei die unterschiedlichen aPrim-Erscheinungsformen und deren Einfluss. Ähnlich starke Einflüsse zeichnen sich in der Bruchzähigkeit und dem Rissverhalten sowie auf die Duktilität in der Dauerfestigkeit ab. Als Einsatzgebiete für β-Legierungen ergeben sich somit solche, wo hohe spezifische Festigkeit bei ausreichender Zähigkeit und einer Mindestanforderung an Ermüdungsfestigkeit gegeben sind. Nachdem Ti-10-2-3 für beinahe das gesamte Fahrwerk der Boeing 777 die bisher verwendeten Stahlwerkstoffe verdrängen konnte, war diese Anwendung das erste Linienflugzeug, in dem der Massenanteil von  $\beta$ -Legierungen höher war als jener von  $\alpha+\beta$ -Legierungen. Durch die vielfältigen, vor allem thermomechanisch unterschiedlichen, Prozessrouten bieten sich β-Legierungen außerdem für hochfeste Federwerkstoffe in der Automobilindustrie oder für Teile der Verbindungstechnik an [3].



Abbildung 8: Abhängigkeit der Bruchdehnung von der 0.2%-Dehngrenze für unterschiedliche Gefüge in Ti-10V-2Fe-3AI [3].

## 2.2 Gebräuchliche Gefüge und Herstellrouten von Ti $\alpha$ + $\beta$ -Legierungen

Mit Ti-6Al-4V in der Vorreiterrolle haben sich diese Art von Legierungen auf Grund ihrer ausgewogenen Eigenschaftsspektren am meisten etabliert. Der rasche Erfolg ging mit dem Umstand der am meisten erforschten und erprobten Legierungen einher und so kommt es, dass in der Literatur die größte Informationsvielfalt zu  $\alpha$ + $\beta$ -Legierungen existiert und sich wohldefinierte Herstellwege für die einzelnen Mikrostrukturvarianten finden. Abb. 9 zeigt ein pseudobinäres Ti-6Al Phasendiagramm mit variierendem V-Gehalt. Die strichlierte Linie steht für Ti-6Al-4V [2].



Abbildung 9: Pseudobinäres Ti-6AI-V Phasendiagramm [2].

#### 2.2.1 Lamellares Gefüge

Grundsätzlich werden die unterschiedlichen Gefüge durch thermomechanische Behandlung eingestellt. Hierunter versteht man die Abfolge von Lösungs-, Verformungs-, Rekristallisations- und Auslagerungsglühbehandlung (Abb. 10). Die oft auch als volllamellar (engl.: "fully lamellar", FL) bezeichnete Variante ist durch einfaches Abkühlen aus dem β-Gehalt im Zuge der Wärmebehandlungen bestimmt. Nach dem Umformprozess im  $\alpha$ + $\beta$  oder β-Gebiet folgt eine Rekristallisationsglühung, nur gering Temperatur (30-50°C) über der β-Transus, um die β-Korngröße zu kontrollieren. Üblich stellen sich hier Größen von etwa 600 µm ein. Die Abkühlrate nach dieser Glühung gilt als entscheidender Schritt für das resultierende lamellare Gefüge, da sie über die Größe der  $\alpha$ -Kolonien, die Breite der  $\alpha$ - Lamellen sowie die Dicke des  $\alpha$ -Saums an ehemaligen  $\beta$ -Körnern entscheidet. Das Schema der Prozessroute zeigt Abb. 10. Das Anlassen, als letzten Schritt, ist hauptsächlich durch die Temperatur und nicht durch die Haltedauer bestimmt. Diese entscheidet ob es zu einer Aushärtung der  $\alpha$ -Phase durch feine Ti<sub>3</sub>Al-Ausscheidungen (T < 550°C) kommt oder nicht. Darüber hinaus, können, abhängig vom Abkühlprozess des letzten Schrittes, während einer Wärmebehandlung sekundäre  $\alpha$ -Plättchen in  $\beta$  ausgeschieden werden. Obwohl dies für die kommerzielle Anwendung nicht relevant ist, sollte aber trotzdem darauf hingewiesen werden, dass martensitische Mikrostrukturen durch Anlassen im Temperaturbereich von 700°C-850°C in feine lamellare  $\alpha$ + $\beta$  Mikrostrukturen umgewandelt werden können. Das Anlassen bei > 550°C kann auch als reines Spannungsarmglühen dienen. Die Möglichkeiten des Anlassens in IV (Abb. 10) sind in Kapitel 2.2.5 nochmals näher erläutert [3].



#### Zusammenfassung der Schritte und schematischer Ablauf:

Abbildung 10: Prozessroute für lamellare Gefüge von  $\alpha$ + $\beta$  Legierungen [3].

- I) Homogenisierung des Grundwerkstoffs im β-Einphasengebiet
- II) **Umformprozess** (z.B. Walzen oder Schmieden) bei ausreichend hoher Temperatur (abhängig von Vormaterial > 800°C) kann im  $\alpha+\beta$  oder auch zur Gänze im  $\beta$ -Phasengebiet erfolgen.

#### III) Rekristallisationsglühung

Entscheidende Parameter:

- Temperatur (30-50°C >  $T_\beta$ )
  - Wachstum der β-Körner
- Abkühlrate
  - Größe der α-Kolonien
  - Breite der α-Lamellen
  - Dicke des α-Korngrenzenfilms

#### IV) Anlassen

Entscheidende Parameter:

- Temperatur
  - α<sub>sek</sub>-Ausscheidungen in β
  - < 550°C (typ. 500°C)  $\rightarrow$  Ti<sub>3</sub>Al-Ausscheidungen
  - > 550°C (typ. 600°C) → Spannungsarmglühen
  - 700-850°C  $\rightarrow \alpha'$  zu feinlamellarem  $\alpha+\beta$  (keine technische Relevanz)



Abbildung 11:Lichtmikroskopische Aufnahmen von lamellaren Gefügen bei verschiedenen Abkühlraten aus dem β-Einphasengebiet einer Ti-6242 Legierung, a) 1°C/min, b) 100°C/min, c) 8000°C/min [3].

Die mechanischen Eigenschaften von lamellaren Ti-6Al-4V sind einerseits von der Größe der  $\alpha$ -Kolonien und andererseits von der  $\alpha$ -Lamellenbreite, die beide mit steigender Abkühlrate sinken, abhängig, basierend auf der effektiven Gleitlänge (Hall-Petch-Beziehung). Neben anderen Hindernissen, wie zum Beispiel Ausscheidungen, stellen vor allem in lamellaren Gefügen die Phasengrenzen auftretende Hindernisse für die Versetzungsbewegung dar und erhöhen somit die Festigkeit [2]. Die Bruchdehnung steigt bis zu Abkühlraten von 200°C/min, nimmt jedoch mit dem soeben erläuterten Anstieg der Festigkeit (>1000°C/min) wieder ab. Weitere Einflussgrößen auf die Bruchdehnung sind die Größe des  $\beta$ -Ausgangskorns, sowie die kontinuierliche  $\alpha$ -Schicht entlang der  $\beta$ -Korngrenzen. Dieser Film, selbst abhängig von der

Abkühlrate (Abb. 11), verschiebt mit abnehmender Dicke das Bruchverhalten von einem transkristallinen Bruch zu einem interkristallinen Bruch [2].

#### 2.2.2 Globulares Gefüge

Um ein globulares  $\alpha+\beta$  Gefüge zu erhalten muss im Zuge der Rekristallisations (R<sub>xx</sub>)-Wärmebehandlung darauf geachtet werden, dass sich globulare  $\alpha$ -Körner ausbilden. Man erreicht dies beispielsweise durch entsprechend langsame Abkühlraten von nahe unter T<sub>β</sub>, um die  $\alpha$ -Lamellenbildung zu verhindern. Stattdessen sollen die primären  $\alpha_{Prim}$ -Körner wachsen, welche nach dem Abkühlen nur noch der Gleichgewichtsvolumenanteil an  $\beta$  an ihren Tripelpunkten aufweisen. Die zweite Möglichkeit, verlangt eine so niedrige R<sub>xx</sub>-Temperatur, wo ausreichend  $\alpha$  im Gleichgewicht ist und aus der Verformungsstruktur (während Schritt III) die globularen  $\alpha$ -Körner entstehen können. Abb. 12 zeigt das Wachstum der  $\alpha$ -Körner während der R<sub>xx</sub>, aus einer lamellaren Struktur des Umformschrittes, zwischen vorhandenen  $\beta/\beta$ -Korngrenzen.



Abbildung 12:Wachstum der globularen α-Körner unter Trennung der ehemalige β-Lamelle im Zuge der R<sub>XX</sub>-WBH für Ti-6Al-4V bei 800°C (TEM-Aufnahme) [3].

Die entsprechenden Schemas der beiden Herstellrouten sind in den Abb. 13 und 14 [3] illustriert. Im ersten Diagramm ist die langsamere Abkühlung bei Schritt III schraffiert hervorgehoben. In beiden Fällen wird die Umformung im  $\alpha+\beta$ -Bereich (bei etwa 900°C) durchgeführt, um genügend Kaltverformung für die R<sub>xx</sub> einzubringen, sodass bei der nachfolgenden Lösungsglühung im Zweiphasengebiet ein rekristallisiertes, globulares Gefüge entsteht. Die Umformtemperatur die Textur des Werkstoffs, die aber je nach Rekristallisationstemperatur durch Neubildung des Gefüges aufgrund von Keimbildung und Kornwachstum egalisiert werden kann [3].



Abbildung 13: Prozessroute I für ein globulares Gefüge einer α+β Ti-Legierung durch langsame Abkühlung im Zuge der R<sub>XX</sub>-Wärmebehandlung [3]

In beiden T(t)-Verläufen der Abb. 13 und 14 ist auch das schraffierte Abkühlfenster der Homogenisierung (I) ersichtlich. Dieses ist entscheidend für die  $\alpha$ -Lamellendicke, die Einfluss auf die spätere  $\alpha$ -Korngröße hat. Mit ausreichend hoher Abkühlrate beim Schritt I kann mit der zweiten Herstellvariante (Abb. 14) die feinere Struktur mit einer  $\alpha$ -Korngröße von ~2µm erreicht werden. Die Rekristallisation in III findet dann in schmäleren Lamellen statt und das Wachstum der  $\alpha$ -Körner wird weitgehend gebremst, wenn sich entstehende Nachbarkörner berühren. Eine typische Temperatur für III der zweiten Variante für Ti-6Al-4V ist in [2] mit 800-850°C angegeben. In [4] ist hingegen die WBH mit 1h bei 925°C, Ofenabkühlung bis 760°C (50°C/h) mit weiterer Luftabkühlung definiert. [3]



Abbildung 14: Prozessroute II für ein globulares Gefüge einer  $\alpha+\beta$  Ti-Legierung rekristallisiert bei einer niedrigen Temperatur [3].

#### Zusammenfassung für beide Prozessrouten:

- I) Homogenisierung des Grundwerkstoffs im β-Phasengebiet
  - Entscheidender Parameter:
    - Abkühlrate
      - Breite der α-Lamellen (entscheidend für spätere Korngröße)

#### II) **Umformprozess** unter T<sub>β</sub>~980°C

Entscheidende Parameter:

- Umformtechnische Prozessführung (T,t)
  - R<sub>xx</sub>-Grad, vol% der globularen Körner
  - Texturtyp
- Umformgrad
  - Texturintensität

#### III) Rekristallisationsglühung

Variante 1: (ad Abb. 13)

Abkühlrate << → keine Bildung von α-Lamellen, Einformung dieser, wenn vorhanden</li>

Variante 2: (ad Abb. 14)

− R<sub>xx</sub>-Temperatur << → ausreichend hoher α-Phasenanteil im Gleichgewicht</li>

#### IV) Anlassen

Entscheidende Parameter:

- Temperatur
  - $\alpha_{Sek}$ -Ausscheidungen in  $\beta$
  - < 550°C (typ. 500°C)  $\rightarrow$  Ti<sub>3</sub>Al-Ausscheidungen
  - > 550°C (typ. 600°C) → Spannungsarmglühen
  - 700-850°C  $\rightarrow \alpha'$  zu feinlamellarem  $\alpha+\beta$  (keine technische Relevanz)

### 2.2.3 Bimodales Gefüge

Auch für dieses Duplexgefüge, bestehend aus globularem  $\alpha_{Prim}$  in einer lamellaren  $\alpha+\beta$  Matrix sei die Prozessroute in vier wesentliche Schritte unterteilt (Abb. 16). Wie für die Einstellung eines globularen Gefüges (siehe Kapitel 2.2.2) entscheidet ebenfalls hier Schritt I durch die Abkühlrate aus dem  $\beta$ -Einphasengebiet, über die  $\alpha$ -Lamellenbreite und in weiterer Folge über die rekristallisierte  $\alpha$ -Korngröße. In II müssen wiederum ausreichend Kaltverformung im Material eingebracht und dadurch Textur wesentlich initiiert werden. Innerhalb dieser Route wird die Textur von  $\alpha$  durch den Schritt III nicht mehr maßgeblich beeinflusst.

Im Schritt III, der R<sub>xx</sub>-Glühung, entscheidet die Temperatur über den Volumenanteil an  $\alpha_{Prim}$ an den Tripelpunkten des rekristallisierten  $\beta$ -Gefüges. Größe und Phasenanteil von  $\alpha_{Prim}$ begrenzen wiederum den  $\beta$ -Anteil, wobei das Verhältnis  $\alpha/\beta$  als wichtigster Einflussfaktor der resultierenden Eigenschaften gilt. Die Abkühlgeschwindigkeit gilt als Stellschraube für die  $\alpha$ -Lamellendicke sowie die  $\alpha_{Prim}$ -Größe und deren Volumenanteil innerhalb der rekristallisierten  $\beta$ -Phase, die mit langsamer Abkühlung ansteigen.

Mit der Phasenverteilung in  $\alpha_{Prim}$  und  $\beta$  geht auch eine Aufteilung der Legierungselemente einher. Die stabilisierenden Elemente der jeweiligen Phasen verbleiben unmittelbar in diesen, später gebildete  $\alpha$ -Lamellen aus der Abkühlung bei der R<sub>XX</sub>-Glühung sind damit ärmer an Al und O. Dieser Effekt macht bimodale Gefüge letztlich weniger aushärtbar unter Bildung von kohärenten Ti<sub>3</sub>Al-Teilchen beim folgenden Anlassen.

Abschließend dazu sei erwähnt, dass das bimodale Gefüge in ein globulares Gefüge überführt werden kann. Dazu müssen im  $\alpha+\beta$ -Bereich die  $\alpha$ -Lamellen vollständig in  $\beta$  aufgelöst werden und durch ausreichend langsame Abkühlung kann sich wie in Kapitel 2.2.2 beschrieben, ein globulares  $\alpha+\beta$ -Gefüge formen.

Der umgekehrte Weg, von globular zu bimodal, kann durch Erhitzen des globularen  $\alpha+\beta$ -Gefüges, dicht unterhalb des  $\beta$ -Transus bis zum gewünschten  $\alpha_{Prim}$ -Gehalt und einer raschen Abkühlung, wie in III für die bimodale Mikrostruktur gezeigt, erfolgen.

Beide dieser Methoden sind jedoch mit einer Kornvergröberung verbunden [2,3].



Abbildung 15: LIMI Aufnahme eines bimodalen Gefüges einer IMI 834 Legierung nach der Abkühlung aus dem α+β-Gebiet [2].

#### Zusammenfassung und Prozessroute:



Abbildung 16: Prozessroute für ein bimodales Gefüge von  $\alpha$ + $\beta$ -Legierungen [3].

I) Homogenisierung des Grundwerkstoffs im β-Einphasengebiet

Entscheidender Parameter:

- Abkühlrate
  - Breite der α-Lamellen (entscheidend f
    ür sp
    ätere α<sub>Prim</sub> Korngr
    öße)

## II) **Umformprozess** (z.B. Walzen) unter $\beta$ -Transus (T<sub> $\beta$ </sub>~980°C)

Entscheidende Parameter:

- Umformtechnische Prozessführung (T,t)
  - R<sub>xx</sub>-Grad, vol% der globularen Körner
  - Texturtyp
- Umformgrad
  - Texturintensität

#### III) Rekristallisationsglühung

− Temperatur  $\rightarrow$  α/β-Verhältnis, β-Korngröße,

Aufteilung der Legierungselemente

- Abkühlrate  $\rightarrow \alpha$ -Lamellendicke und Koloniegröße

#### IV) Anlassen

Entscheidende Parameter:

- Temperatur
  - $\alpha_{Sek}$ -Ausscheidungen in  $\beta$
  - < 550°C (typ. 500°C)  $\rightarrow$  Ti<sub>3</sub>Al-Ausscheidungen in  $\alpha$

## 2.2.4 "Mill-annealed" Gefüge

Die Erzeugung von "mill-annealed" Ti-6Al-4V verzichtet im Gegensatz zu den bereits beschriebenen Prozessrouten gänzlich auf die Rekristallisation im Schritt III. Das resultierende Gefüge gilt in der Literatur als weniger definiert, ist industriell aber verbreitet anzutreffen.

Die Mikrostruktur von "mill-annealed" Ti-Werkstoffen wird maßgeblich im Schritt II (Abb. 17), mit den Parametern Anzahl der Hitzen, Aufheiz- und Abkühlrate vor, während und nach der Umformung sowie durch den Umformgrad, bestimmt. Vor allem nach dem letzten Stich wird die Abkühlung in Referenz [3] als kritische Größe angegeben. Bekannte Gefüge die als "millannealed" gelten, reichen von Strukturen mit gestreckten Körnern (in Walzrichtung) bis zu weitgehend eingeformter rekristallisierter Kornstruktur. Analog zum Gefüge variiert auch der Rekristallisationszustand, welcher ebenso von den beschriebenen Größen abhängig ist und dessen Texturintensität verschieden stark ausgeprägt sein kann [3].



Abbildung 17: Prozessroute zur Einstellung eines "mill-annealed" Gefüges einer  $\alpha+\beta$  Ti-Legierung [3].

#### Zusammenfassung und Prozessroute:

#### I) Homogenisierung des Grundwerkstoffes

Entscheidender Parameter:

- Abkühlrate
  - Breite der α-Lamellen (entscheidend für spätere Korngröße)
- **II) Umformprozess** (z.B. Walzen) unter  $\beta$ -Transus (T<sub> $\beta$ </sub>~980°C)

Entscheidende Parameter:

- Umformtechnische Prozessführung (T,t)
  - R<sub>xx</sub>-Grad, vol% der globularen Körner
  - Texturtyp
- Umformgrad
  - Texturintensität

#### IV) Anlassen

Entscheidende Paramter:

- Temperatur
  - $\alpha_{Sek}$ -Ausscheidungen in  $\beta$

#### Gefügebeispiele:



Abbildung 18: REM-Aufnahmen von "mill-annealed"-Proben rekristallisiert (Ti-6Al-4V, links), mit starker Verformunsstruktur (Grade 38, rechts).

#### 2.2.5 Weitere mögliche Gefügeeinstellungen

Neben den vorherigen charakteristischen Gefügevarianten wird in diesem Kapitel kurz auf zwei weitere festigkeitssteigernde Mechanismen eingegangen. Wie schon in den Prozessabläufen in Kapitel 2.2.1 – 2.2.4) gezeigt, existieren in  $\alpha$ + $\beta$ -Legierungen zwei Möglichkeiten die mechanischen Eigenschaften (siehe Abb. 19) im Zuge des Anlassens zu modifizieren.

Abhängig vom eingestellten Gefüge aus den Prozessschritten I) – III), kann durch eine Anlassglühung (Schritt IV) eine sekundäre Ausscheidung von  $\alpha_{Sek}$  innerhalb der  $\beta$ -Phase herbeigeführt werden. Die Einflussfaktoren sind dabei der Phasenanteil von  $\beta$  und die damit zusammenhängende chemische Zusammensetzung dieser Phase. Um sicher eine Aushärtung durch  $\alpha_{Sek}$  zu erreichen, lohnt es sich vor dem Anlassen im Zuge einer Zwischenwärmebehandlung metastabiles  $\beta$  zu erzeugen, welches im letzten Schritt IV die erwünschten Ausscheidungen bildet. Wird bereits von einem lamellaren Gefüge ausgegangen und werden durch diesen Prozess im  $\alpha+\beta$ -Phasenfeld noch feinere  $\alpha_{Sek}$ -Plättchen initiiert, spricht man von einem "bi-lamellaren" Gefüge, welches am meisten von  $\alpha_{Sek}$ -Ausscheidungen beeinflusst wird [3].



Abbildung 19: Gefügeeinfluss auf mechanische Eigenschaften als Funktion der Abkühlrate von der Glühung im α+β-Phasenfeld bei 880°C (Ti-6Al-4V) mit einer Endanlassbehandlung bei 500°C für 24h [3].

Die zweite Möglichkeit stellt das Aushärten der  $\alpha$ -Phase unter Ausscheidung von  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al dar. Notwendig dazu ist ein Al Gehalt von >6% und außerdem unterstützt die Anwesenheit von beispielsweise O die Bildung von  $\alpha_2$ . Die kohärenten  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al erhöhen die Streckgrenze. Da die kohärenten Teilchen aber von den bewegenden Versetzungen geschnitten werden sind sie für die Ausbildung von planaren Gleitbändern verantwortlich, welche Rissbildung und Rissausbreitung unterstützen. Von diesem negativen Einfluss auf das Rissverhalten sind vor allem die grob-lamellaren Strukturen betroffen, weniger ausgeprägt ist er jedoch bei bimodalen Mikrostrukturen mit feiner Morphologie. Da die Löslichkeitstemperatur von  $\alpha_2$  in Ti-6Al-4V bei etwa 550-600°C liegt, erfolgt diese Ausscheidungshärtung bei etwa 500°C [3].

#### 2.2.6 Grade 38 (Ti-4Al-2.5V-1.5Fe)

In diesem Unterkapitel wird auf die  $\alpha+\beta$ -Legierung Grade 38 [4] eingegangen. Die Legierung wurde bereits für Schutzanwendungen entwickelt, findet wegen ihrer verbesserten Eigenschaften gegenüber der oft eingesetzten Ti-6AI-4V vermehrt auch Anwendung in der Luft- und Raumfahrt sowie in anderen industriellen Bereichen. Die vom Hersteller hervorgehobenen Vorteile, höhere Duktilität bei gleichzeitig besserer (Zug-)Festigkeit, beruhen nach [6] auf niedrigen AI- und V-Gehalt bei einem höheren O- und Fe-Gehalt.

Die Hochtemperatur-Duktilität sei eine Ursache des geänderten Verhaltens der Mischkristallverfestigung durch den Einbau des Zwischengitteratoms O mit der Temperatur. Die Fließspannung, auch temperaturabhängig in Verindung mit der Versetzungsbewegung die zur Überwindung kurzreichweitiger Hindernisse erforderlich ist, was verstärkt in hexagonalen Metallen zutrifft. Ein empirischer Zugang lautet, interstitielle Legierungsatome die Festigkeit und das Verformungsverhalten von Ti-Legierungen nur unter etwa 300°C beeinflussen. Die Mischkristallverfestigung kann einfach durch Gleichung (1) beschrieben werden. Eine Berechnung zum Vergleich der Fließspannungen für eine erhöhte Temperatur nach den Regeln der Mischkristallverfestigung erfolgte in [6] schließlich durch:

$$\tau \approx \sqrt{2} * G * c^{\frac{1}{2}} * \left(\frac{\delta}{5}\right)^{\frac{3}{2}}$$
(1)

- $\tau$ ... Zunahme der Fließspannung aufgrund des Vorhandenseins eines gelösten Elements
- δ... Fehlpassung zum Gitter der Grundmatrix
- G... Schermodul
- c... Konzentration des gelösten Elementes in at%



$$\tau_{ges} = \sqrt{(\sum_{i=1}^{n} {\tau_i}^2)}$$
(2)

Abbildung 20: Vergleich Fließspannung bei typischen Umformtemperaturen von Ti-6Al-4V und Grade 38 [6].

Die Frage, nach der erhöhten Formbarkeit bei Raumtemperatur wird durch einen anderen Effekt beschrieben. Der direkte Einfluss des e/a-Verhältnisses (Elektronen pro Atom) auf eine Reihe verschiedener physikalischer Eigenschaften, von denen einige die Versetzungsbewegung und Duktilität direkt beeinflussen, und der Gesamtlegierungsgehalt wurden gegenübergestellt und eine Varianzanalyse von 13 verschiedenen Titanlegierungen führte auf folgenden Zusammenhang:



Abbildung 21: Dehnungsverhalten als Funktion von e/a und einem Äquivalent für den Gesamtlegierungsgehalt [6].

Bei Legierungen mit einem vergleichbarem e/a-Verhältnis ist die Legierung mit weniger Legierungsbestandteilen duktiler bzw. bei Legierungen mit einem vergleichbaren Gesamtlegierungsgehalt ist die Legierung mit einem höheren e/a-Verhältnis duktiler.

Die angeführten Eigenschaften und Berechnungen bestätigen das Potential dieses Werkstoffes zur Herstellung von Blech, Rohr und Schmiedeprodukten. Speziell die Kaltumformung sollte dadurch erleichtert möglich sein und spart mühsame Verfahren wie z.B. das Paketwalzen. Superplastizität tritt bei Grade 38 nach [6] bereits bei etwa 816°C während des Walzens ein (vgl. Ti-6-4 bei ~899°C).

#### 2.3 Texturen in Titanlegierungen

Texturen werden für kristalline Werkstoffe in zweidimensionalen Abbildungen, sogenannten stereographischen Projektionen, dargestellt. Die Intensitäten der Gitterebenen erscheinen mit Hilfe einer Zentralprojektion einer Kugelfläche in einer Ebene als Pole, die Einblick in die bevorzugten Ausrichtungen der Kristalle geben.

Bei Titan ist der Einfluss der Textur auf die mechanischen Eigenschaften stark ausgeprägt, was ursächlich auf eine inhärente Anisotropie der hexagonalen Kristallstruktur der α-Phase zurückgeführt werden kann und durch hohe Umformung (Verformungstextur) vor einer möglicherweise angestrebten Rekristallisation (Rekristallisationstextur) noch verstärkt wird. Eine weit verbreitete Übersicht über die starke Abhängigkeit der Textur von Ti-6Al-4V von der Umformtemperatur und -modus, stellt Abbildung 22 für die (0002) -Polfiguren dar [3,7].



Abbildung 22: Walztexturen (uniaxial) in Abhängigkeit der Umformtemperatur einer Ti-6Al-4V Legierung (schematisch, 0002-Polfiguren) [3].

#### **2.3.1** Walztexturen von $\alpha$ + $\beta$ -Legierungen

Für Temperaturen inmitten des  $\alpha+\beta$ -Gebietes, also für Temperaturen < 900°C mit bereits erhöhtem Anteil an hexagonaler  $\alpha$ -Phase, bildet sich für die (0002)-Polfigur eine stärkere primäre Basalstruktur aus, die bei einsinniger Verformung zusätzlich noch eine transversale Komponente aufweist. Im Bereich 900°C-930°C kommt es sowohl beim uniaxialen als auch beim multidirektionalen Verformen zu einer Auslöschung der Texturen und der bereits deutlich höhere Anteil an krz- $\beta$ -Phase erlaubt in diesem Fenster höchste Umformgrade. Knapp unterhalb von T $_{\beta}$  verschwindet die basale Komponente und beim Walzen entsteht nur noch eine transversale Textur. Umformen oberhalb von T $_{\beta}$  im  $\beta$ -Gebiet führt auf eine reine Würfeltextur, typisch für kubisch-raumzentrierte Kristalle.

Am häufigsten anzutreffen in Ti-Legierungen sind B/T (Basal- und Transversal) - Texturen (< 900°C Umformtemperatur) und Transversal-Texturen (< T<sub>β</sub>). Aus [3] sind dazu die charakteristischen (0002)-Polfiguren angegeben. Bei niedrigen Umformtemperaturen, mit signifikant hohem Anteil an  $\alpha$  während des Umformens, bildet sich eine  $\alpha$ -Textur aus. Hierbei handelt es sich um die B/T Textur (Abb. 23). Bei höheren Umformtemperaturen im ( $\alpha$ + $\beta$ )-Phasenfeld mit höherem  $\beta$ -Anteil, bildet diese Phase zunächst eine  $\beta$ -Textur aus und wenn beim Abkühlen der  $\alpha$ -Anteil steigt, entsteht die hexagonale Phase nach der einzig erfüllbaren Burgers-Orientierungsbeziehung (110) $_{\beta}$ ||(0002) $_{\alpha}$  und  $\alpha$  orientiert sich bevorzugt zu einer T-Textur (Abb. 23, linke Polfigur). Noch höhere  $\beta$ -Anteile und Umformung über T $_{\beta}$  führt auf eine eindeutige  $\beta$ -Würfeltextur.

In [8] wurde die Textur speziell in Abhängigkeit des  $\alpha/\beta$ -Verhältnis beobachtet. In guter Abstimmung mit experimentellen Ergebnissen wurden dabei die  $\alpha$ -Texturen für verschiedene Verhältnisse rechnerisch ermittelt und es zeigte sich, dass die basale Komponente mit steigendem  $\beta$ -Anteil schwächer wird. Begründet werden die Ergebnisse durch die Abnahme der Verformung über sekundäre Gleitsysteme  $\vec{a} + \vec{c}$ . Die Ergebnisse zeigten außerdem, dass nach der Umformung sowohl stärker und weniger stark verformte  $\alpha$ -Körner existieren. Es wird davon ausgegangen, dass diese Auftrennung durch anfangs ungünstig orientierte "harte Körner" und durch Körner, die sich auf Grund ihrer Ausrichtung einfacher umformen lassen, "weiche Körner", zustande kommt. Dieser Effekt nimmt mit kleiner werdendem  $\alpha/\beta$  zu, da sich mit höherem Anteil an  $\alpha/\beta$ -Korngrenzen andere Gleitmechanismen einstellen. Es besteht so weiterhin auch eine Abhängigkeit zu den verschiedenen Gefügetypen.



Abbildung 23: (0002)-Polfigur einer globularen Ti-6Al-4V Legierung mit T-Textur (links), B/T-Textur (mittig), sowie der Kristalllagen bei Basal- und Transversal-Polen [2,3].

Allgemein gilt, dass sich die Transversal-Textur durch die tendenziell höhere Verformungstemperatur aber mit einer niedrigeren Intensität abzeichnet.

Außerdem zu erkennen in der rechten Polfigur aus Abb. 23 ist, dass sich der basale Pol, wie schematisch in Abb. 21 dargestellt, in zwei Pole aufspaltet. Wang et al in [7] bezeichnet dieses Verhalten, bei dem sich die Pole etwa um 20° von der Normalrichtung (engl.: ND, normal direction) abwenden, als "basal pole spreading". Laut [9] ist der Grund dafür eine zusätzlich vorhandene Orientierung  $\{1\overline{2}14\} < \overline{1}010 >$  die aus den basalen Verformungsmoden stammt und so bei niedrigen  $\beta$ -Gehalten auftritt.

#### 2.3.2 Einfluss der Textur auf das mechanische Verhalten

Der starke Einfluss der Textur auf das mechanische Verhalten bei hexagonalen Werkstoffen wie Titan kann häufig in Anwendungen genutzt werden. Durch die richtige Prozessführung (Umformgrad, -modus und -temperatur) können optimale Eigenschaften eingestellt werden. Für Ti-6Al-4V findet sich in Referenz [3] eine umfassende Darstellung der 0.2%-Dehngrenze  $\sigma_{0.2}$ , des Elastizitätsmoduls und der Brucheinschnürung (engl.: RA, reduction of area) (Abb. 24) in Abhängigkeit von Textur und Belastungsrichtung.



Abbildung 24: Mechanische Eigenschaften einer Ti-6Al-4V Legierung für verschiedene Texturen und Belastungsrichtungen einer vollständig globularen Mikrostruktur der Korngröße 2µm [3].

Das charakteristische Verhalten beider Texturen, hinsichtlich Elastizitätsmodul als Funktion der Belastungsrichtung, entspricht jenem von  $\alpha$ -Einkristallen. Eine vorhandene T-Komponente bedeutet (Abb. 23), dass überwiegend Basalebenen (0002) normal zur Prüfrichtung liegen. Da sich in diesen Ebenen bei Belastung keine Versetzungen mit Burgers-Vektor  $\vec{a}$  aktiviert werden, d.h. die Schubspannung Null ist (Burgers-Vektor || Basalebene), müssen andere Gleitsysteme  $\vec{a} + \vec{c}$  angeregt werden, was erst bei höheren Spannungen der Fall ist. Diese Erklärung [3] passt mit den geringen  $\sigma_{0.2}$ -Werten der 45°-Prüfrichtung überein, weil in diesem Fall die Basalebenen 45° zur Zugspannung stehen und diese (0002)- Ebenen damit als Hauptgleitebenen direkt die maximale Schubspannung erfahren. Die höhere Orientierungsabhängigkeit auf die mechanischen Eigenschaften der B/T Textur lässt sich durch die erwähnte höhere Intensität von B/T Texturen erklären.

### 2.4 Metallkundliche Beurteilung ballistischer Blecheigenschaften

#### 2.4.1 Theoretische Grundlagen

Blechverstärkungen zum Schutz von Fahrzeugen, Gebäuden oder Personenausrüstungen sind im Schutzsektor ein essenzielles Grundmaterial. In dieser sehr speziellen Anwendung findet stets eine lokale Höchstbelastung auf den Werkstoff statt und eine große Schwierigkeit liegt nun darin das richtige Schutzsystem bei Bestehen einer Gefahr zu wählen. Zwei Institutionen, sind die STANAG (Standardization Agreement), ein Standardisierungsübereinkommen NATO-Vertragsstaaten auf internationaler Ebene und beschäftigt sich mit der gesamten Truppenausrüstung der NATO-Kräfte, und die VPAM (Vereinigung der Prüfstellen für angriffshemmende Materialien und Konstruktionen), ein Zusammenschluss von Beschussämtern und ähnlichen Prüfstellen der sechs Länder Belgien, Niederlande, Österreich, Schweiz, Deutschland und Frankreich.

Die STANAG 4569 [10] regelt die "Schutzstufen für Insassen von Logistik- und leichten Panzerfahrzeugen" und unterscheidet zwischen diversen Gefährdungen. Auf Grund der aus Sicherheitsgründen geringen Verfügbarkeit entsprechender Richtlinien, ebenso der VPAM ERV 2010 für "Sondergeschützte Fahrzeuge – Sprengwirkungshemmung", wird in der vorliegenden Ausarbeitung zu Schutz bietenden Blechen ausschließlich auf die Gefährdung durch Projektile eingegangen, wo mehr Information vorliegt.

Die Schutzklassen gegen Projektile innerhalb diverser Richtlinien werden in Projektilform und -material, Auftreffgeschwindigkeit und Masse bzw. Energie des Geschosses geregelt. In der VPAM-APR [11] werden zehn Schutzklassen angegeben und ein standardisierter Versuchsaufbau für Beschusstests ist schematisch mit seinen drei Hauptkomponenten abgebildet (Abb. 25). Diese ergeben sich aus der Technologie zum Abschuss des Projektils, dem Prüfobjekt als Ziel des und einer Geschwindigkeitsmessung für die Projektile. Distanzen und Genauigkeiten sind in den jeweiligen Richtlinien geregelt, wobei die Einschusspositionen gewisse Abstände zum Probenrand und je nach Modus (Einfach- bzw. Mehrfachbeschuss) zu anderen Einschusspositionen einhalten müssen. Außer bei Sonderaufträgen wird ein Frontalbeschuss durchgeführt, wo der Auftreffwinkel zwischen Blech und Schussrichtung 90° beträgt.



Abbildung 25: Aufbau eines Beschusstests nach VPAM [11].

Aus Beschusstests werden schließlich statistische Kennwerte abgeleitet. Eine wichtige Größe stellt v<sub>50</sub> dar, jener Wert für die Projektilgeschwindigkeit, der angibt, dass bei dieser Geschwindigkeit 50% der Projektile durch die Blechprobe gelangen, also einen Durchschuss
erzeugen. Zu Grunde von v<sub>50</sub> und weiteren Beschüssen werden auch noch andere statistische Größen ermittelt. Gemäß [12] von folgenden Methoden die Rede:

- pv, Durchschusswahrscheinlichkeit bei gegebener Angriffsgeschwindigkeit
- v<sub>P</sub>, Schwellngeschwindigkeit (kein Durchschuss bei v<v<sub>P</sub>)
- Restenergiemessung (z.B. in Plastilin) zur besseren Bewertung von Durchschüssen

Ein weiteres anerkanntes Verfahren, die Bestimmung des Wirkungsgrades (engl.: mass efficiency, ME) wurde in [13] angewandt. Dieses ist für den Vergleich zwischen Blechmaterialien vorgesehen und liefert keine Absolutwerte. Die Bestimmung erfolgt über:

$$ME = \frac{\min inimale \ Flächendichte \ Werkstoff \ A_i}{\min inimale \ Flächendichte \ Werkstoff \ A_1}$$
(3)

Die Flächendichte beschreibt die Masse des Bleches pro Fläche, welche notwendig ist um ein Projektil zu stoppen und es existiert nach (1) immer ein Vergleichswerkstoff  $A_1$  mit ME=1 für eine Testserie mit 1 < i < n Proben.

#### 2.4.2 Korrelation zu mechanischen Kennwerten

Ein Vergleich zu den typischen Kennwerten von Werkstoffen mit ihren mechanischen Eigenschaften ist in zugänglicher Literatur ein wenig erschlossenes Thema und gilt als äußerst schwierige Korrelation. Die extreme Belastung, einerseits mit unvergleichbar hohen Verformungsgeschwindigkeiten, andererseits sehr lokal, unterscheidet sich von sämtlichen Prüfverfahren der klassischen Werkstoffprüfung und es findet sich noch kein allgemeingültiger Zusammenhang zu Werten aus beispielsweise der Härteprüfung, dem Zugversuch, Kerbschlagbiegeversuch, oder der Bruchzähigkeitsbestimmung. Hierzu kommt, dass die Schadensbilder von Beschusstests zeigen, dass sich diese Belastung auch unterschiedlich auf diverse Gefügevarianten auswirkt und so Zusammenhänge mit Festigkeit und Rissausbreitung bzw. – initiierung in Frage gestellt werden müssen.

In diesem Kapitel sind zum besseren Verständnis bereits verwendete Herangehensweisen und Ergebnisse dieser Versuche dokumentiert.

In [14] werden unter anderem Beziehungen angeführt, die aus Zeiten stammen als mikrostruktureller Einfluss und Legierungsentwicklung noch im Hintergrund standen und lediglich zwischen verschiedenen Grundwerkstoffen unterschieden wurde. Diese Anschauung stammt noch von Isaac Newton und lässt sich über (4) beschreiben.

$$s = l * \frac{\rho_{Geschoss}}{\rho_{Blech}}$$
(4)

s ist in (4) die zu erwartende Durchschussdicke, I ist die Geschosslänge und bei ρ handelt es sich um die Dichten der Werkstoffe. Man erkennt sofort, dass auf der Werkstoffseite keine Informationen über den Werkstoffzustand, oder seiner Mikrostruktur enthalten sind, und selbiges auf der Projektilseite, wo Form, Aufbau und Energie ebenfalls nicht in die Berechnung einfließen.

Eine ähnliche Betrachtung der Firma Krupp ist (5) bekannt und lautet:

$$s = 0.0194 * \sqrt[4]{\frac{E^3}{k^5}}$$
 (5)

In diesem Zusammenhang ist s die erwartete Durchschussdicke, zusätzlich sind E, die Auftreffenergie des Geschosses mit 3/4 im Exponenten und k, das Kaliber des verwendeten Projektils, enthalten. Weitere Angaben die Referenz [14] aus einem Report des AMMRC (Army

Materials and Mechanics Research Center) zitiert sagen generell aus, dass sich Empfehlungen für die Kombination aus hoher Festigkeit und Zähigkeit etablierten.

Typische Bruchbilder (Abb. 26) wurden nach [15] in a) spröde Brüche b) sternförmige, radiale Rissentstehung an Austrittsseite, c) Splitterbrüche, d) duktile Lochaufweitung, e) Stopfenbildung und f) lokalisierte plastische Verformung durch adiabatische Scherbänder unterteilt. Dieses f) tritt Phänomen auf wenn die Temperaturerhöhung lokal vor einer Verfestigung eintritt.



Eine immer wieder erwähnte mechanische Größe mit der ein Zusammenhang zur ballistischen

Abbildung 26: Ballistische Leistung an Blechen durch Beschuss [15].

Schutzwirkung existiert ist die Härte. Etwa [16] und [17] haben die ballistische Leistung ohne nähere Definition dieser, über der Härte aufgetragen (Abb. 27). Die Kurven wurden für verschiedene Stahlsorten erstellt und es ergab sich eine Proportionalität zwischen Härte und Beschusswiderstand.



Abbildung 27: Ballistische Leistung über der Härte nach Laible (links) und Manganello (rechts) [15, 16].

Die Kurven zeigen außerdem beim Übergang von weichen zu harten Werkstoffen eine Abweichung von dieser Proportionalität. Dieser Übergang findet laut den Autoren dort statt, wo die Härte des Projektils und jene des Bleches ähnlich sind und erst mit zunehmender Härte eine wesentliche Zerstörung des Projektils herbeigeführt werden kann, aber die Zähigkeit bereits zu gering ist, um die Energie des Beschusses im Material zu absorbieren. Je nach Werkstoff und Blechdicke kann es dabei sogar zu einem kurzfristigen Abfall kommen. Der Anstieg bei höheren Härtewerten, führt meistens zum Verlust der Beständigkeit gegen Mehrfachbeschuss, da trotzdem lokal spröde Schädigung eintritt und dies den Werkstoff schwächen kann. Durch Verbundlösungen oder duale Härte-Systeme in einem Blech, die bei Stählen zum Beispiel durch Aufkohlen oder Randschichthärten erzielt werden kann, ist es möglich diesen Nachteil zu umgehen. Ein zäherer Basiswerkstoff ist häufig in der Lage Risse aus dem harten Bereich zu stoppen (Abb. 28).



Abbildung 28: Rissstop in zäher Schicht bei dualen Härte – Systemen am Beispiel Stahl [15].

#### 2.4.3 Titanlegierungen als beschusssichere Werkstoffe

Titanlegierungen, insbesondere Ti-6Al-4V, gelten mit ihren hohen spezifischen Festigkeitswerten und einer ausgezeichneten Zähigkeit als potentiell effektive Materialien für den beschusshemmenden Einsatz bei gleichzeitig verlangter Mobilität. Mehrere Veröffentlichungen beschäftigten sich bereits mit Beschusstests und zugehörigen mikrostrukturellen Betrachtungen von Titanblechen. Besonders interessante Ergebnisse sind jene aus [18] und [19] von Lee et al., die für verschiedene Gefügemodifikationen (siehe Kapitel 2.2) die ballistische Leistung ermittelten. In [18] werden zwei Ti-6Al-4V Blechwerkstoffe, globulares und bimodales Gefüge, in Bezug auf v<sub>50</sub> und ME verglichen. Das bimodale Gefüge lieferte eine 5% höhere v<sub>50</sub> und eine sogar um 17% höhere ME. Parallel zeigen die REM-Untersuchungen der Bruchflächen, dass im bimodalen Gefüge ein kleinerer Bereich durch adiabatische Scherbänder verformt wird diese auch in ihrer Dichte geringer ausfallen und eine größere Anzahl von Poren auftreten (Abb. 29).



Abbildung 29: REM-Abbildung der Bruchflächen nach Durchschuss: Schliffbild (links) und Bruchfläche (rechts) von a) einem globularen und b) bimodalem Gefüge [17]

In den Abbildungen a) ist das gröbere globulare Gefüge aus einem Querschliff zu sehen und auf der rechten Seite sind die Scherwaben der Bruchfläche dargestellt. Die unteren Bilder b) zeigen das bimodale Gefüge. Lee et al. schlussfolgerte aus den Ergebnissen, dass das insgesamt feinere bimodale Gefüge die Umformung und die eingeleitete Energie homogener aufnehmen kann als das globulare Gefüge. Bestätigt wird diese Annahme durch die feineren Mikroverformungen der Bruchfläche.

In [19] werden vom selben Autor die Auswirkungen von Ti<sub>3</sub>Al-Ausscheidungen (24h-Glühung bei 500°C) untersucht. Trotz einer erhöhten Festigkeit waren die Ergebnisse der Beschusstests für v<sub>50</sub> nur um etwa 1% erhöht. Die Begründung hierfür liegt in der unterstützten Verformungslokalisierung der feinen  $\alpha_2$ -Ausscheidungen, nachdem diese von Versetzungen geschnitten wurden, was den Effekt einer höheren Festigkeit relativiert.

Ein weiterer Bericht [20] vergleicht Beschusstests und Zugversuche von verschiedenen Gefügearten von Ti-6Al-4V Blechen. Die Ergebnisse sind in Abb. 30 dargestellt. Unter Angabe der einzelnen Glühbehandlungen sind a) globular/"mill-annealed" b) Widmannstätten Gefüge und c) und d) zwei Varianten eines bimodalen Gefüges gegenübergestellt.



#### Abbildung 30: Beschusstestergebnisse aus [20] für verschiedene Gefügevarianten, nähere Informationen im Text.

Auch in [20] konnte sich das bimodale Gefüge qualitativ durchsetzen, wo außerdem auffällt, dass die Bleche C und D (bimodal) im Zugversuch die höchste Energieaufnahme zeigten.

# 3. Experimentelles

### 3.1 Untersuchte Legierungen

Für die Untersuchungen im Rahmen der vorliegenden Diplomarbeit standen vier verschiedene Blechfabrikate zur Verfügung. Aufgabe der angeführten Experimente war es, ein Verständnis bezüglich der unterschiedlichen Werkstoffe aufzubauen und Unterscheidungsmerkmale (in Abhängigkeit der chemischen Zusammensetzung und des Produktionsprozesses) zwischen diesen zu finden.

Nr.	Legierung [m%]	gewählte Bezeichnung	Gelieferte Blechdicke
1	Ti-6Al-4V	Grade 5-1	20mm
2	Ti-6Al-4V	Grade 5-2	15mm
3	Ti-3.5Al-2.5V-1.5Fe	Grade 38	15mm
4	Ti-6Al-4V	Grade 5-3	30mm

Die verwendete Nomenklatur sei in folgender Tabelle festgelegt:

Tabelle 4: Probenbezeichnungen der untersuchten Legierungen unter Angabe der Blechdicke in mm.

Bei den	Proben	1-3	3 (P	roc	duk	t-B	enc	hm	nark	:) w	ar	bei	dere	en E	Erhalt	nur	de	er L	egi	eru	ingst	typ	bekar	۱nt,
									c	~		~ ~		_										

mit Ausnahme der Walzrichtung, die für Grade 38 am Probenmaterial markiert wurde.

Über die Herstellung der sich bereits im Einsatz befindlichen Legierungen, Benchmarkproben 1-3, liegen ebenfalls keine Informationen vor, hingegen weiß man, dass das Vormaterial der Probe Nr. 4 nicht VAR umgeschmolzen wurde, sondern mittels Elektronenstrahlschmelz-Verfahren (bzw. engl.: Electron Beam Melting, EBM) hergestellt wurde.

## 3.2 Chemische Analysen

Um die Einflüsse der Legierungselemente und interstitiell vorhandenen Elemente miteinbeziehen zu können, wurde bei voestalpine Böhler Edelstahl in Kapfenberg eine Die verwendeten Methoden chemische Analyse durchgeführt. waren eine Verbrennungsanalyse (C, N, O), Atomemissionsspektrometrie (Si, Ti, Zr, Sn, Y), Röntgenfluoreszenzanalyse (Al, V, Fe) und Schmelzextraktion (H).

## 3.3 Wärmebehandlungen

Im Zuge der Arbeit wurde eine bereits etablierte Wärmebehandlung an Grade 5-3 angewendet. Die Wärmebehandlung stellte sich in einer vorangehenden Diplomarbeit [21] unter der Bezeichnung "WBH1" als vorteilhaft für die mechanischen Eigenschaften heraus. Es handelt sich dabei um ein Anlassen bei 730°C für zwei Stunden, mit darauffolgender kontrollierter Abkühlung von 730°C auf 550°C bei 1°C/min Abkühlrate. Wärmebehandelte Proben (Nabertherm Kammerofen 1200°C) Grade 5-3 dienten als zusätzlicher Vergleich innerhalb der durchgeführten mechanischen Tests.

### 3.4 Metallographische Präparation

Die metallographische Präparation der Proben ist nachfolgend detailliert angeführt (siehe dazu auch Tab.5):

- 1.) Blechproben in gewünschter Orientierung warmeinbetten, in leitendes Einbettmittel PolyFast unter Verwendung einer Aluminiumfolie zur Verbesserung der Ladungseigenschaften für weitere elektronenmikroskopische Untersuchungen
- 2.) Schleifschritte der Körnungen 220, 500, 800, 1000, 1200, 2000 und 4000, jeweils bis keine Artefakte der Vorstufe mehr erkennbar sind und eine gleichmäßige Beschaffenheit der Oberfläche gegeben ist
- Polieren: 3μm Diamantpaste für 12 Minuten, 1μm Diamantpaste für 8 Minuten, OP-S (kolloidales SiO<sub>2</sub>) Suspension für 20 Minuten

Geeignet für Härtemessungen, Rasterelektronenmikroskopie (REM), Focused Ion Beam - REM (FIB-REM), Röntgendiffraktometrie (engl.: X-ray diffraction, XRD)

4.) Krollätzung: 100ml destilliertes Wasser, 2-6ml konzentrierte Salpetersäure, 1-3ml konzentrierte Flusssäure, 2-3s Tauchätzung (laut [22] auch als Wischätzung üblich)

Geeignet für Lichtmikroskopie

5.) Elektrolytisches Polieren an einer Struers LectroPol-5 via Struers Titanmethode (Elektrolyt A3, Spannung 35V, Flußrate 16, Fläche 1cm<sup>2</sup> für 15 Sekunden bei einer Temperatur von 22°C), geeignet für Elektronenrückstreubeugung (EBSD), Anpassung für Ti-6Al-4V jedoch notwendig (Abb. 31)



Abbildung 31: Interkristalliner Ätzangriff von Grade 38 nach elektrolytischem Polieren.

Tabelle 5: Parameter der mechanischen Probenpräparation.

Metallographische Bearbeitung									
Schliff einbetten	Polyfast + Al-Folie								
Schleifen									
150rpm	220	bis							
	500	Artefakte							
	800	der							
	1000	Jeweiligen							
	1200	ontfornt							
	2000	sind							
	4000	51114							
	Diamantsuspension								
Polieren	3µm	12min							
	Diamantsuspension								
	1µm	8min							
	OP-S 0.02µm	20min							
Ätzen	Krollätzung	2-3s							

## 3.5 Rasterelektronenmikroskopie

Das Rasterelektronenmikroskop (REM) stellt in bildgebender Arbeitsweise das vorliegende Mikrogefüge dar und außerdem mittels energiedispersiver Röntgenspektroskopie (engl: energy dispersive X-ray spectroscopy, EDX) werden die vorgefundenen Phasen qualitativ hinsichtlich der Elementzusammensetzung analysiert (Zeiss Evo 50, Betriebsspannung 15kV). Für zusätzliche höheraufgelöste Aufnahmen wurde dfas ThermoFisher Scientific Versa 3D DualBeam FIB-Gerät verwendet.

## 3.6 Texturanalyse

Um Informationen über die Vorzugsorientierungen der vorliegenden Bleche zu erhalten wurden sie in einer Blechorientierung mittels Rückstreuelektronenbeugung untersucht. Die erhaltene Textur gibt Aufschluss über Walzrichtung, Umformgrad und thermische Vorgeschicht. Die Messung wurde im ThermoFisher Scientific Versa 3D DualBeam FIB mit einem EDAX Hikari-AXS EBSD Detektor durchgeführt.

### 3.7 Röntgendiffraktometrie

Die vorkommenden Phasen  $\alpha$  (hex) und  $\beta$  (krz) wurden mittels XRD an einem Bruker-AXS D8 Advance Diffraktometer unter konstanter Rotation (150rpm) in Bragg-Anordnung mittels Cu-K<sub> $\alpha$ </sub>-Strahlung ( $\lambda$ =1.542 Å) analysiert. Die gemessenen Diffraktogramme wurden mit der Software Topas 4.1 der Firma Bruker über eine Rietveld-Analyse qualitativ ausgewertet und den Phasenanteilen, bestimmt über den optischen Kontrast (schwarz/weiß) mittels Bildauswertesoftware GIMP Version 2.10.4. gegenübergestellt.

### 3.8 Dynamische Differenzkalorimetrie

Der thermodynamische Einfluss von Legierungselementen auf die Gefügeausbildung wurde mittels Dynamischer Differenzkalorimetrie (engl. Differential Scanning Calorimetry, DSC) (Setaram LabSys) untersucht. Augenmerk lag daher auf der β-Transustemperatur, die durch diese Methode ermittelt werden sollte. Die Proben der vier verschiedenen Ausgangsmaterialien (siehe Kapitel 3.1 Ausgangssituation) wurden auf 25mg eingewogen und gemessen wurde der Nettowärmestrom jeder Probe, bei drei verschiedenen Aufheizraten von 10C°/min, 15C°/min und 20C°/min auf 1200°C. Zur folgenden Extrapolation auf eine Aufheizrate von 0C°/min wurden die Temperaturen des lokalen Extremwerts T<sub>max</sub> des Wärmeflusses über der Temperatur verwendet.

### 3.9 Mechanische Werkstoffprüfung

Um einen Vergleich der mechanischen Werte zu ermöglichen wurden Härtemessungen und Zugversuche durchgeführt. Die Vickers-Härtemessungen HV10 wurden am Lehrstuhl für Metallkunde und metallische Werkstoffe an einem EMCO M4CO25G3M Universalhärteprüfer verrichtet. Um den einzelnen Blechen einen Härtewert zuzuordnen wurde der Mittelwert aus fünf Eindrücken in repräsentativen Gefügen gebildet. Die Messung erfolgte sowohl in transversaler als auch in longitudinaler Blechrichtung, um auch einen Zusammenhang dieser mit den Orientierungen und den Blechtypen herzustellen. Eine weitere Messung am Gerät Qness Q60A+ erfolgte automatisiert an der wärmebehandelten Grade 5-3-Probe 30mm, bei welcher der Härteverlauf über die gesamte Dicke ermittelt wurde. Entlang der 30mm Dicke fanden mit Abstand ~1mm voneinander 29 Eindrücke Platz und so wurde mit drei parallelen Messreihen (ebenfalls Abstand ~1mm) ein 3x29 Raster gebildet. Zur Darstellung wurde zunächst der Mittelwert der jeweils drei Werte pro Dickenposition generiert.

Die Zugversuche wurden vom Materials Center Leoben (MCL) entsprechend EN ISO 6892-1 durchgeführt, wobei die Probenfertigung der Gewindezugproben B8x40 bei voestalpine Böhler Bleche nach DIN 50125 erfolgte. Die Parameter sind in Tab. 6 aufgelistet.

Parameter Zugversuche							
Probentyp	Gewindezugprobe						
Prüflänge	40mm						
Prüfeinrichtung	Zwick Z250						
Kraftmessdose	GTM250kN						
Extensiometer	Zwick BTC Exmacro						
Prüfgeschwindigkeit	0.00025 1/s						
Temperatur	26°C (RT)						

Tabelle 6: Parameter der Raumtemperatur-Zugversuche geprüft am MCL nach EN ISO 6982-1.

Auf Grund der begrenzten Menge an vorhandenen Proben konnten die Benchmarkproben lediglich in TD und RD geprüft werden (je ein Zugversuch pro Richtung), die Grade 5-3 Proben wurden in beide Richtungen und für zwei Zustände in doppelter Ausführung gezogen (2x walzhart, 2x nach WBH je für TD und RD).

## 4. Ergebnisse

### 4.1 Chemische Analyse

Die Ergebnisse der chemischen Analysen der vier Titanbleche sind in Tab.7 zusammengefasst, ergänzt mit den Normwerten aus der ASTM B265-08b Titanium and Titanium Alloy Strip, Sheet, and Plate für Grade 5 (Ti-6Al-4V) und Grade 38 (Ti-4Al-2.5V-1.5Fe). Die Werte sind mit Ausnahme von Wasserstoff in [m%] angegeben.

Jene Elemente, die in der Norm nicht quantitativ angegeben werden sind mit 0.1% je Element bzw. 0.4% in Summe beschränkt. Normwerte

geb	gebnisse der chemischen Analysen in m%.										
		Grade 5-1	Grade 5-2	Grade 38	Grade 5-3	Grade 5	Grade 38				
	ті	Rest	Rest	Rest	Rest	Rest	Rest				
	AI	6.50	6.12	4.45	5.90	5.5-6.75	3.5-4.5				
	V	4.30	4.00	2.52	3.80	3.5-4.5	2.0-3.0				
	Fe	0.21	0.05	1.52	0.19	<0.4	1.2-1.8				
	0	0.17	0.21	0.28	0.06	<0.20	0.2-0.3				
	н	51µg/g	43µg/g	44µg/g	50µg/g	<150µg/g	<150µg/g				
	Ν	0.0050	0.0091	<0.0030	0.01	<0.05	<0.03				
	С	0.007	0.007	0.004	0.06	<0.08	<0.08				
	Si	0.02	0.02	0.02	0.03	-	-				
	Sn	<0.020	<0.020	<0.020	<0.03	-	-				
	Zr	0.011	<0.003	<0.003	<0.01	-	-				
	Y	<0.001	<0.001	<0.001	-	-	-				

Tabelle	7:	Eraebnisse	der	chemischen	Analy	sen in	m%.
rabene	· ·	Ligeoniose	acr	chennoenen	,y.	5C11 111	

Damit befinden sich alle vier Zusammensetzungen innerhalb der Toleranzen laut ASTM. Auffallend ist der tiefe Sauerstoffgehalt des EB-Materials (Nr. 4) mit 0.06 m% sowie wiederum die höchsten Gehälter interstitieller Elemente N und C. Der wesentliche Gehalt an Fe, als β-Stabilisator, in der Legierung des Grade 38 liegt mit 1.52m% in der Mitte des Toleranzbereiches. Die Wasserstoffanteile liegen für alle Legierungen innerhalb des Bereiches 46 ± 4 μg/g.

### 4.2 Mikrostrukturelle Untersuchung

### 4.2.1 Lichtmikroskopische Untersuchung

Im ersten Schritt der mikrostrukturellen Charakterisierung wurden die verschiedenen Blechtypen in den Richtungen Walzrichtung (engl.: rolling direction, RD), Querrichtung (engl.: transversal direction, TD) und ND wie in 3.4 beschrieben (für LIMI) präpariert. Die verschiedenen Mikrogefüge sind in Abbildung 32 und Abbildung 33 dargestellt.



Abbildung 32: Gefügeübersicht in TD-Richtung von a) Grade 5-1, b) Grade 5-2, c) Grade 38, d) Grade 5-3 im Lichtmikroskop mit 12.5-facher Vergrößerung.

Abb. 32 a)-d) zeigt die verschieden stark ausgeprägten Zeiligkeiten der vier Bleche. In a) ist die geringste Zeiligkeit zu sehen, auffällig ist jedoch eine einzelne helle Zeile genau in der Mittelebene der Probe. Am deutlichsten ist die Zeiligkeit in c) und d) ausgeprägt.

Abbildung 33 zeigt die Gefüge bei 1000-facher Vergrößerung. Für die Bilder b)-c) sind langgestreckte Körner ersichtlich und es lassen sich solche Bereiche mit stärkerer und jene mit geringerer Verzerrung unterscheiden. Elongierte Körner erstrecken sich in ihrer Länge bis zu 100μm, die Dicke variiert von 1-5μm.

Das Gefüge von a) zeigt sich unter allen Schlifforientierungen globular (Korngröße ~15μm) mit einer zweiten Phase an den Tripelpunkten der Korngrenzen (Verifizierung in Kapitel 4.2.3 REM/EDX), hingegen sind in b)-d) Korngrenzensäume einer zweiten Phase erkennbar. Außerdem auffällig in den Blechen mit gestreckten Kornstrukturen ist, dass es zwischen den elongierten Zeilen, auch solche gibt, die aus der jeweiligen Schlifforientierung betrachtet deutlich globularer erscheinen.



Abbildung 33: Mikrogefüge in RD-Richtung a) Grade 5-1, b) Grade 5-2, c) Grade 38, d) Grade 5-3 im LIMI mit 500-facher Vergrößerung.

In Abbildung 34 ist die aus Abb. 32 a) detektierte Mittelzeile der Grade 5-1 Probe explizit abgebildet. Sie ist in TD und in RD deutlich erkennbar.



Abbildung 34: Lichtmikroskopische Aufnahme der der Mittenseigerung von Probe Grade 5-1

Auf Grund des makroskopischen Erscheinungsbildes der Oberfläche der Grade 5-2 Probe wurde auch diese gesondert betrachtet (Abbildung 35). Die Dicke der Randschicht beträgt 15-20µm, dahinterliegende Bereiche sind reicher an der helleren der beiden vorkommenden Phasen und enthalten gröbere Strukturmerkmale.



Abbildung 35: Makroskopische Aufnahme der Probenoberfläche (links) und mikroskopische Aufnahme der Blechoberfläche (rechts) der Probe Grade 5-2.



Abbildung 36: REM-Aufnahme von  $\alpha$ -Martensit in  $\beta$ -Phasen der Probe Grade 38.

In Abbildung 36 ist ein hochaufgelöstes REM-Bild einer  $\beta$ -Phase zu sehen. Ein typisches Erscheinungsmerkmal, welches in solchen Zonen der Grade 38 beobachtet wurde ist das Auftreten von nadeligen und lamellenartigen Strukturen der  $\alpha'$ - bzw.  $\alpha$ -Phase.



Abbildung 37: Diverse Gefügeinhomogenitäten Grade 5-3.

Wie in Abb. 37 dargestellt, enthält das Blech Nr. 4 (Grade 5-3) Inhomogenitäten verschiedener Arten. In Abb. 37a) und d) sind häufig Riesenkörner entlang der Zeiligkeiten zu sehen. In Abb. 37b) sind Seigerungszeilen zu erkennen, die beim Ätzen sichtbar gemacht wurden, d.h. der Ätzangriff erfolgte von Zeile zu Zeile unterschiedlich stark. Abbildung 36c spiegelt die extreme Zeiligkeit dieses Blechs wider. Um ein dreidimensionales Verständnis für die in Blechrichtung sehr zeiligen Gefüge zu bekommen wurde eine weitere Aufnahmereihe aus der Blickrichtung der Walzrichtung zusammengestellt (siehe Abb. 38).



Bei Vergleich der Gefüge in Normalrichtung sind großflächige Kornstrukturen zu erkennen und vor allem die Gefüge c)-d) kann man als Pancake-Gefügestruktur bezeichnen. Auch in a) lässt sich durch großflächigere  $\beta$ -Bereiche in der Abbildung der ND ein Unterschied zu TD und RD erkennen, die globularen Formen der  $\alpha$ -Körner stehen jedoch im Vordergrund.

#### 4.2.2 Bestimmung der Phasenanteile

Die Ergebnisse der Phasenanteilsanalyse nach den in Kapitel 3.7) beschriebenen Verfahren sind in Tabelle 8 zusammengefasst.

		vol[%]	Grade 5-1	Grade 5-2	Grade 38	Grade 5-3
	optisch	α-Gehalt	94.9	92.8	81.5	93.0
		β-Gehalt	5.1	7.2	18.5	7.0
	XRD	α-Gehalt	93.9	92.7	80.2	93.0
		β-Gehalt	6.1	7.3	19.8	7.0

Tabelle 8: Phasenanteilsbestimmung nach LIMI und XRD.

Das globulare Gefüge der Grade 5-1-Probe enthält laut durchgeführten Messmethoden mit 5.1vol% bzw. 6.1vol% den geringsten Anteil an  $\beta$ -Phase. Ungefähr im selben Bereich liegen Grade 5-2 und Grade 5-3 mit ~7vol%. Mit ~20vol% besitzt Grade 38 den größten Anteil an  $\beta$ -Phase.

Gitterparameter laut Rietveld-Analyse mittels Topas-Software [Å]:

Grade 5-1	$\rightarrow$	α: a=2.926, c=4.673	β: a=3.197
Grade 5-2	$\rightarrow$	α: a=2.924, c=4.669	β: a=3.220
Grade 38	$\rightarrow$	α: a=2.933, c=4.680	β: a=3.219
Grade 5-3	$\rightarrow$	α: a=2.925, c=4.667	β: a=3.216

#### 4.2.3 Rasterelektronenmikroskopische Untersuchung

Im REM konnten die einzelnen Gefüge höher aufgelöst abgebildet werden und eine erneute Reinigung im Ultraschallbad (Ethanol, Isopropanol) sorgte für sauberere Oberflächen. Die einzelnen Phasen sowie die Zunderschicht wurden mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie qualitativ untersucht. Dabei konnten in allen vier Legierungen die im Elektronenkontrast hellere Phase als  $\beta$ -Phase (+ V, Fe als typische Stabilisatoren) und die dunklere Phase als  $\alpha$ -Phase (AI) festgestellt werden (Abb. 39). Fe aus der  $\beta$ -Phase konnte entsprechend den Gehalten der chemischen Analyse am deutlichsten in der Grade 38 (1.52m%) nachgewiesen werden, mit geringer Intensität auch in Grade 5-1 (0.21m%), wohingegen kein Fe-Peak in der Analyse Grade 5-2 (0.05m%) sichtbar war (Abb. 40).



Abbildung 39: Exemplarische REM-Aufnahme der Probe Grade 5-1 (RD).



Abbildung 40: EDX-Analyse für die beiden Phasen  $\alpha$  (links) und  $\beta$  (rechts) der Probe Grade 5-1.

Abb. 41 ist eine Aufnahme des zeiligen Gefüges der Probe Grade 5-2. Die makroskopisch erkennbare Zunderschicht konnte ebenfalls durch EDX bestätigt werden. Sie wurde an einer der beiden Oberflächen gemessen und erhöhter Sauerstoffgehalt lässt auf TiO<sub>2</sub> (Rutil) schließen (Abb. 42).

Elektronenmikroskopisch kam neben dem Phasenkontrast auf Grund der phasenselektiven Elemente (Al mit einer Ordnungszahl (OZ) von 13 in  $\alpha$ , Fe OZ=26 und V OZ=23 in  $\beta$ ) auch eine Orientierungsabhängigkeit zum Vorschein. Die Orientierung der Körner kann sich im Kontrast widerspiegeln, wie durch die zufällige Verteilung in der Grade 5-1 Probe (Abb. 39) zu sehen, oder wie durch die kontrastierten Zeilen in der Grade 38 zu erkennen (Abb. 43).



Abbildung 41: REM-Aufnahme Grade 5-2.



Abbildung 42: EDX-Analyse der Oxidschicht Grade 5-2.



Abbildung 43: REM-Aufnahme Grade 38.



Abbildung 44: EDX-Analyse Grade 38.



Abbildung 45: REM-Aufnahmen Grade 5-3, Randgefüge (unten), allgemeines Gefüge (oben).

Das Ergebnis der EDX-Analyse von Grade 5-3 zeigt Abb. 44. Diese Probe konnte im Inneren der Probe ebenfalls als "mill-annealed" beschrieben werden. Im Außenbereich, < 2mm von der Oberfläche entfernt, ist zudem ein Gefüge mit einer durchgehenden Zeiligkeit sichtbar (Abb. 45).

#### 4.2.4 Texturanalyse mittels Elektronenrückstreubeugung

In diesem Kapitel sind die Ergebnisse der Texturanalyse der  $\alpha$ -Phase dargestellt. Die gewählte Präparationsmethode und die verwendeten Messparameter ließen nur eine unzureichende Auswertung der kubisch-raumzentrierten  $\beta$ -Phase zu, weshalb nicht auf diese eingegangen wird. Abb. 46 enthält die typisch für hexagonale Kristallstruktur abgebildeten  $\alpha$ -Polfiguren (0002), (11 $\overline{2}$ 0) und (10 $\overline{1}$ 0), wobei innerhalb der Abbildung 47 auch die inversen Polfiguren (IPF-Maps) der jeweiligen gescannten Bereiche dargestellt sind.

Grade 5-1: Scanrichtung CD	= vermutete Walzrichtung
Grade 5-2: Scanrichtung EF	= vermutete Walzrichtung
Grade 38: Scanrichtung CD	= bekannte Walzrichtung
Grade 5-3: Scanrichtung RD	= bekannte Walzrichtung



Abbildung 46: Polfiguren der  $\alpha$ -Phase der untersuchten Blechwerkstoffe.

Grade 5-1 und Grade 5-2 zeigen 0001-Pole in RD und TD, dazwischen sind auf Grund der geringeren Intensität nur schleierhafte Formen zu erkennen. Ohne die Walzrichtung mit absoluter Sicherheit sagen zu können, ist zumindest die Blechebene bekannt und es würde bei falscher Annahme der RD lediglich zu einer 90°-Drehung um ND kommen, also zu keiner maßgeblichen Veränderung der 0001-Polfigur.

Grade 38 und Grade 5-3 zeigen eindeutig eine B/T-Textur mit sehr stark ausgeprägter B-Komponente.

Die gemessenen Texturen in Kombination mit dem Gefüge der vier Proben sind in den IPF-Mappings (Abb. 47) abgebildet.



Abbildung 47: Invefse Polfiguren (IPF) der gescannten Bereiche der Größe 500µm<sup>2</sup> der untersuchten Bleche.

### 4.3 Dynamische Differenzkalorimetrie

Die Transustemperaturen T<sub>β</sub> wurden, wie in Kapitel 3.8 beschrieben, über eine lineare Extrapolation (Abb. 48) auf den Gleichgewichtszustand (Aufheizrate OC°/min) hin, ermittelt. Verglichen mit den Umwandlungstemperaturen bei maximal gewählten Aufheizraten von 20°C/min kann es bei den untersuchten Werkstoffen zu einer Verschiebung von T<sub>β</sub> von bis zu  $\Delta$ T=50°C kommen (Grade 5-1). In der Literatur häufig angeführte Umwandlungstemperaturen sind nicht auf OC°/min extrapoliert und deshalb häufig mit T<sub>β</sub> > 950°C angegeben.



Abbildung 48: Extrapolationsgeraden der DSC-Analyse auf eine Aufheizrate von OC°/min.



Abbildung 49: Gleichgewichtsumwandlungstemperaturen der vier Belche bei 0C°/min.

### 4.4 Mechanische Werkstoffprüfung

#### 4.4.1 Härtemessung

Die Härtemessung des Makrohärteprüfgeräts sind in Abb. 50 gemittelt dargestellt und bieten einen ersten Vergleich der mechanischen Eigenschaften in den beiden Richtungen der Blechebene, RD und TD. Für die Benchmarkproben wurde dies im Lieferzustand durchgeführt, die Probe Nr. 4 (Grade 5-3) wurde zunächst im walzharten Zustand gemessen. Die verschiedenen Härteniveaus erlauben bereits eine Trennung der zunächst unbekannten Richtungen CD/EF in vermutete RD/TD (siehe Kapitel Kapitel 2.3.3 und 4.2.4) nach Härte und Festigkeit, wo die deutlichsten Unterschiede auftraten.



Abbildung 50: Härte HV10 in RD und TD der vier Blechproben im Lieferzustand.

Das Blech Nr. 4 (Grade 5-3) im wärmebehandelten Zustand, gemessen über die gesamte Dicke von 30mm, ergab einen Härtegradienten von den Blechoberflächen zur Blechmitte. Es ist außerdem eine Asymmetrie zu erkennen, die Unterseite des Blechs weist höhere Härten auf als die Oberseite, die Mittenhärte ist jedoch am geringsten (Abb. 51).



Abbildung 51: Härteverlauf über den Querschnitt von Grade 5-3 unter Angabe der Durchschnittswerte der Härte in unterschiedlichen Bereichen.

Ein weiteres Ergebnis der Messung ist der Zusammenhang zwischen den Härtewerten und den Gefügezeilen. Eine direkte Gegenüberstellung der gebildeten Werte pro Position (Abb. 52) zeigt, dass breite helle Zeilen (entspricht einem erhöhten  $\alpha$ -Anteil) die indentiert wurden, eine höhere Härte aufweisen, als jene mit feiner Zeiligkeit und einem ausgeglicheneren Verhältnis von  $\alpha/\beta$ .



Abbildung 52: Gegenüberstellung der Härte zum Gefüge, Grade 5-3 (30mm) im wärmebehandelten Zustand.

### 4.4.2 Zugversuche

Abb. 53 zeigt die  $\sigma$ - $\epsilon$ -Diagramme der untersuchten Proben. Eine übersichtliche Darstellung der Zugversuchsergebnisse in tabellarischer Form kann Tab.7 entnommen werden.



Abbildung 53: Zugversuchskurven der untersuchten Bleche in TD und RD

	Grade 5-1	Grade 5-1	Grade 5-2 -	Grade 5-		
	- CD	- EF	EF	2 - CD	Grade 38 - RD	Grade 38 - TD
R <sub>m</sub> [MPa]	990	1021	1030	1046	1000	1159
R <sub>p0.2</sub> [MPa]	929	963	984	1002	916	1066
E-Modul [GPa]	118	125	121	119	1115	121.0
A [%]	13.7	14.6	12.2	11	13	15.1
A <sub>g</sub> [%]	7.9	9.1	5.2	6	9	11.0
Z [%]	32	28	29	32	19	27.0

Tabelle 9: Ergebnistabellen der Zugversuche: Benchmark-Proben (oben), Grade 5-3 (wh...walzhart, WBH...wärmebehandelt) (unten).

	wh	wh	wh	wh	WBH	WBH	WBH	WBH
	RD1	RD2	TD 1	TD 2	RD1	RD2	TD1	TD2
R <sub>m</sub> [MPa]	801	819	936	953	824	803	904	915
R <sub>p0.2</sub> [MPa]	742	756	898	908	793	773	872	896
E-Modul [GPa]	105	113	128	134	110	107	125	129
A [%]	12.3	11.7	13.9	12.3	13.5	12.2	13.1	13.3
A <sub>g</sub> [%]	5.7	5.2	6.5	5.8	6.8	6.4	6.0	6.2
Z [%]	34	31	48	49	33	28	45	44

Proben des Grade 5-3 unterliegen in Zugfestigkeit (R<sub>m</sub>) und Dehngrenze (R<sub>p0.2</sub>) den Benchmarkproben, können jedoch bei Bruchdehnung (A) und Gleichmaßdehnung (A<sub>g</sub>) im unteren Durchschnitt anknüpfen. Die Brucheinschnürung (Z) ist insgesamt um einiges höher. Besonders in transversaler Richtung ist die Einschnürung der Grade 5-3-Proben mit Werten knapp unter 50% hervorstechend.

Ebenfalls in transversaler Richtung auffällig zeigt sich das Ergebnis der Grade 38. Mit einer ausgeprägten Streckgrenze  $R_{eH}$ =1072 MPa, bereits höher als sämtliche Zugfestigkeiten der anderen Bleche, kann diese Probe eine  $R_m$ =1159 MPa aufweisen. Die zugehörige Bruchdehnung ist mit 15.1% die höchste vorkommende.

Der Vergleich der wärmebehandelten Proben Grad 5-3 zeigt, dass in diesen Versuchen kein großer Unterschied erreicht wird. Im Gegenteil, in transversaler Richtung wurde sogar eine Verringerung von Festigkeit und Dehngrenze nach "WBH1" beobachtet.

### 5. Diskussion

In diesem Kapitel werden die gemessenen Ergebnisse in Kombination mit der ausgearbeiteten Literatur verknüpft um ein erhöhtes prozessseitiges Verständnis für das Walzen von  $\alpha+\beta$ Titanlegierungen aufzubauen. Die verwendeten Analyseverfahren ermöglichten einen Einblick in die Prozessrouten und zeigten wie in der Praxis verwendete Ti-6Al-4V Werkstoffe in ihrer Mikrostruktur aussehen und welche mechanischen Eigenschaften sie aufweisen. Chemische Analysen lieferten die genauen Zusammensetzungen und über die dynamische Differenzkalorimetrie konnten diese auch den ermittelten  $\beta$ -Transustemperaturen gegenübergestellt werden. Die Texturmessung mittels Elektronenrückstreubeugung, sowie die Mikrogefügeaufnahmen gelten als weiterer Hinweis für die Abschätzung verwendeter Walztemperaturen oder den Rekristallisationszustand. Auch das Phasenverhältnis  $\alpha/\beta$  konnte mittels Rietveld-Analyse und einer optischen Auswertung der Phasenanteile analysiert werden.

Die erste Untersuchung belief sich auf die Darstellung des Mikrogefüges. Die Ergebnisse zeigen ein globulares Gefüge der Probe Grade 5-1, sowie drei "mill-annealed"-Gefüge für die Proben Grade 5-2, Grade 38 und Grade 5-3, allesamt mit in Normalrichtung gestauchten Körnern, eines sogenannten Pancake-Gefüges (Abb. 38). Die Korngrößen in allen Gefügen sind ähnlich (~5-10 $\mu$ m, ausgenommen langgezogene Körner in Walzrichtung), was bei diesen Gefügetypen zum Beispiel auf einer ähnlichen Abkühlung des Grundmaterials aus dem  $\beta$ -Gebiet beruhen kann, wo die anfängliche Homogenisierung des Gefüges erfolgen soll [3].

Die Phasenanteile konnten durch zwei Methoden mit guter Übereinstimmung zueinander gemessen werden. Der  $\beta$ -Anteil ist in Grade 38 im Vergleich zu den übrigen Proben deutlich höher mit etwa 19vol%. Ein Abgleich mit ThermoCalc bestätigte die Vermutung der stark  $\beta$ -stabilisierenden Wirkung von Fe, welches sich laut chemischer Analyse mit 1.52m% abzeichnet. Vanadium ist im Vergleich zu den 4m% aus Legierung Ti-6Al-4V, als zweiter  $\beta$ -Stabilisator mit 2.52m% vorhanden, Aluminium allerdings lediglich mit 4.45m%. Somit ist insgesamt mit einer verstärkten  $\beta$ -Stabilisierung zu rechnen. Grade 5-3 und Grade 5-2 liegen mit 7vol%  $\beta$ -Phase gleich auf. Betrachtet man die chemischen Analysen ist zwar im Grade 5-3 mehr Fe (Grade 5-3 0.19m%, Grade 5-2 0.05m%) und weniger O (Grade 5-3 0.06m%, Grade 5-2 0.21m%) vorhanden, allerdings auch interstitielle Elemente, wie N und C, verstärkt anzutreffen, die beide als  $\alpha$ -Stabilisatoren gelten. Vor allem Kohlenstoff ist beinahe um den Faktor 10 erhöht detektiert worden. Den geringsten gemessenen  $\beta$ -Anteil weist Grade 5-1 mit ~ 5.1vol% nach optischer Auswertung auf. Die Messung mittels Rietveld-Analyse ist mit 6.1vol% näher an den Ergebnissen der Grade 5-2. Der Grund für den geringen Anteil an

gemessener β-Phase im Zuge der optischen Kontrastmethode beruht auf der starken Abhängigkeit der Messposition und auch dem Einfluss der untersuchten Blechrichtung. Zu große Ausschnitte eignen sich auf Grund der Bildqualität schlechter für die qualitative Bestimmung, wobei bei zu kleinen Ausschnitten die Statistik verloren geht. Die geringe Intensität der Textur kann sowohl von der R<sub>xx</sub>-Behandlung stammen, als auch durch das Warmumformen im Bereich von 870-970°C, in welchem die Textur oft deutlich abnimmt [2,3]. Ebenfalls den Charakter eines rekristallisierten Gefüges besitzt die Probe Grade 5-2. Sie besitzt die schwächste Textur der gemessenen Bleche und offenbart ebenfalls einen B/T-Charakter. Die mechanischen Eigenschaften sind entsprechend der allgemein geringen Intensität der Pole sehr ausgeglichen. In vorliegender Ausrichtung der Polfiguren (Abb. 46) wurde davon ausgegangen, dass Festigkeit und Härte die RD vorgeben. Nach Abb. 24 ist es jedoch nicht eindeutig ersichtlich, welche mechanischen Eigenschaften tatsächlich ausschlaggebend sind. Besonders im Falle der Grade 5-2 entstehen beim Vergleich von Z und E-Modul widersprüchliche bzw. unpräzise Aussagen. Mehr Aufschluss könnte durch die Messung der β-Textur erlangt werden. Der geringe Volumsanteil, die nicht angepasste Präparation, als auch die Anordnung der β-Phase im "mill-annealed"-Zustand als Korngrenzenphase verhinderten im Zuge dieser Arbeit jedoch eine Indizierung der  $\beta$ -Phase. Besonders das elektrolytische Polieren sorgte für einen zu starken Angriff auf die kubisch-raumzentrierten Gefügebestandteile (Abb. 31).

Die beiden stark anisotropen Proben, sowohl was die Textur und die Mikrostruktur betrifft, als auch was die mechanischen Eigenschaften angeht, können diesbezüglich einfacher zugeordnet werden. Die Anisotropie der Eigenschaften der Grade 38 in transversaler Prüfrichtung, so wie die Ähnlichkeit zur B/T-Textur der Grade 5-3-Probe, weisen auf ein ähnliches Herstellprinzip hin und bestätigen die Walzrichtung. Der Unterschied der beiden Legierungen darf dabei trotzdem nicht außer Acht gelassen werden und um eine Aussage über die Temperaturführung zu treffen, sind mehr Informationen zu dieser neuartigen Legierung Ti-4Al-2.5V-1.5Fe notwendig. Die chemische Zusammensetzung (Fe als starker  $\beta$ -Stabilisator und weniger Al), die niedrigere Umwandlungstemperatur  $T_{\beta}$  und der hohe Phasenanteil der kubisch-raumzentrierten β-Phase im untersuchten Zustand sprechen aber tendenziell für eine Verschiebung der Prozesstemperatur nach unten ( $\Delta T_{\beta} \sim 35^{\circ}$ C) bei gleichen Verhältnissen, verglichen mit Ti-6Al-4V Werkstoffen. Die durch DSC ermittelten Umwandlungstemperaturen der Ti-6Al-4V Werkstoffe liegen innerhalb eines 11°C-Fensters (946°C – 957°C) und es müsste mehr über die einzelnen Elementeinflüsse des 7-Komponenten-Legierungssystems (Ti, Al, V, Fe, O, N, C) bekannt sein, um eine weitere Unterscheidung definieren zu können, d.h. eine klare Tendenz ist hier nicht zu erkennen.

Die mechanischen Eigenschaften können in den Zugversuchen und Härtemessungen (Abb. 54) unterteilt werden. Ein interessanter Zusammenhang zeigt sich sofort zwischen Härte und Zugfestigkeit bzw. auch der Dehngrenze für sämtliche Proben im Auslieferungszustand (=walzhart bei Grade 5-3).





Die insgesamt höchste Festigkeit weist Grade 38 auf, wobei dies durch den besonders hohen transversalen Wert gegeben ist. Der höchste Wert in Walzrichtung konnte bei Grade 5-2 erreicht werden, wobei in dieser Prüfrichtung die drei Benchmarkproben sehr ähnliche Werte aufweisen, zwischen 990 MPa und 1030 MPa. Grade 38 ist mit 1000 MPa zwischen diesen Grenzen angesiedelt. Grade 5-3 unterschreitet dieses Fenster deutlich (810 MPa) und kann auch in transversaler Richtung mit 944 MPa nicht an die Benchmarkproben mit Festigkeiten >1021 MPa anknüpfen. Höchste Härte und höchste Festigkeit in transversaler Richtung besitzt Grade 38 mit 1159 MPa und 362 HV. Die Charakteristiken für die Härtewerte und Festigkeitswerte aus Abb. 54 sind exakt gleich und auch die in den Texturmessungen sichtbaren Anisotropien zeigen sich mit etwa der gleichen Auswirkung auf die verschiedenen Richtungen.

Der große Unterschied in den mechanischen Eigenschaften zwischen Benchmarkproben und Grade 5-3-Proben kann mit vorliegenden Ergebnissen auf zumindest zwei Ursachen zurückgeführt werden. Im Vordergrund stehen dabei die Gefügebilder der Unregelmäßigkeiten von Grade 5-3 (siehe Abb. 37). Zeiligkeiten, Seigerungen und Grobkörner können durch die örtlich variierenden Festigkeiten, wie auch durch die Schwankungen der Härte über Blechdicke auf Grund der Zeiligkeit gezeigt (Abb. 52), für Dehnungslokalisierung verantwortlich sein [23] und so eine geringere Gesamtfestigkeit zur Folge haben. Auch die deutlich höhere Brucheinschnürung Z bei den Proben des Materials Grade 5-3 ist ein Anzeichen dieses Verhaltens. Da keine Untersuchungen an den Brammen des Vormaterials (EB erschmolzen, nicht VAR umgeschmolzen) gab, ist unklar woher diese Unregelmäßigkeiten stammen. Durch die Tatsache, dass andere Güten mit den gleichen Prozessparametern in bessere Ergebnisse und homogenere Gefüge resultierten, wird hier angenommen, dass bereits im Ausgangsmaterial Seigerungen und andere Inhomogenitäten anzutreffen waren. Um auch auf die großflächige Seigerung der Probe Grade 5-1 einzugehen (Abb. 34), sei erwähnt, dass solche zentralen Mittenseigerungen durch die Abkühlung von innen nach außen nach dem Schmelzen entstehen können. Lunker oder in der Literatur [3] auch aufgrund der Schrumpfung entstehende Defekte gelten in ihrem Einfluss als weniger kritisch, vor allem wenn das Material noch einer nachgehenden Schmelzbehandlung (z.B. VAR-Umschmelzen) ausgesetzt wird. Durch die Bildung einer Erstarrungsröhre bildet sich im Inneren  $\alpha$ , wobei Legierungselemente mit geringer Löslichkeit in  $\alpha$  in die umliegende Schmelze und  $\beta$ -Phase abgegeben werden, was zunächst lokal auf eine geringere Konzentration dieser Elemente und ein geringeres Maß an  $\beta$ -Phasenanteil führt.

Eine weitere Abhilfe könnte eine weniger stark ausgeprägte Textur bringen. Anforderungen aus der Norm 4911P verlangen Mindestwerte der mechanischen Eigenschaften in TD und RD. Auf Grund der schwächeren RD muss so ein höheres Gesamtniveau angestrebt werden, während die Werte in TD bereits der ASTM 4911P entsprechen. Offensichtlich ist das für die festere und homogenere Probe Grade 38 kein Problem, könnte aber hier ebenso für ausgeglichenere Eigenschaften genutzt werden. Die Anisotropie führt bei beiden Werkstoffen, Grade 38 und Grade 5-3, zu Festigkeitsunterschieden zwischen RD und TD von > 15%. Die aus [21] vorgeschlagene WBH, das Spannungsarmglühen bei 730°C, brachte keine Verbesserung der Eigenschaften. Ein Grund könnte das, wegen des hochwertigeren Vormaterials, deutlich unterschiedliche "mill-annealed" Gefüge sein, das in dieser Arbeit [21] verwendet wurde.

Abschließend sollen die Herstellrouten diskutiert werden. Nachdem über die Benchmarkproben, bis auf den jeweiligen Legierungstyp (und der Walzrichtung von Grade 38), keine weiteren Informationen über die Herstellung bekannt waren, können nun die Gefügebilder, die chemischen Analysen mit zugehörigen Umwandlungstemperaturen, die Phasenanalysen und die Texturen helfen, verschiedene Prozessparameter abzuschätzen.

Die Probe Grade 5-1 mit dem globularen Gefüge wurde nach ihrer letzten gefügebeeinflussenden WBH mit langsamer Abkühlrate nahe der β-Transustemperatur abgekühlt, um eingeformte Körner zu erhalten, anstelle lamellarer Kolonien. In [24] wird diskutiert, dass Textureinflüsse bzw. -anteile von allen tatsächlich eingebrachten Hitzen und durchgeführten Stichen stammen können und auch die genaue Aufheizreihenfolge während des Umformens bekannt sein müsste, um dies genauer zuzuordnen.

Auch eine nachfolgende R<sub>xx</sub>-Behandlung kann eine vorhandene Textur abschwächen. Entsprechend der in Kapitel 2.2 abgebildeten Herstellrouten aus [3] und dem deutlich eingeformten Gefüge, wird hier eine abschließende R<sub>xx</sub>-Behandlung im Bereich von 900°C, mit langsamer Ofenabkühlung bis zumindest 760°C vermutet, bei kontinuierlicher Umwandlung von  $\beta \rightarrow \alpha$  unter weiterem Wachstum der  $\alpha_P$ -Körner. Die Umformung müsste entsprechend der (0001)-Polfigur bei Temperaturen von mindestens > 930°C bis zu Temperaturen > T<sub>β</sub> erfolgt sein. Es ist keine basale Komponente mehr erkennbar, eine besonders ausgeprägte transversale Komponente vorhanden, und eine deutliche Longitudinalkomponente (RD) (Abb. 55), welche üblicherweise aus der Vererbung der  $\beta$ -Phasentextur stammt, die beim Walzen von höheren Temperaturen relevant wird. Auch an dieser Stelle sei nochmals darauf hingewiesen, dass sich die gesamte Walzgeschichte in der Textur widerspiegelt. Die RD-Komponente könnte also von den Walzungen direkt nach den Hitzen stammen, die stärker ausgebildete TD-Komponente zusätzlich auch von bereits abgekühlten Zuständen des Blechs (930°C-970°C). Tiefere Umformtemperaturen als 930°C sind auf Grund der nicht vorhandenen Basalkomponente auszuschließen.



Abbildung 55: (0001)-Polfiguren der  $\alpha$ -Phase von a) Grade 5-1 und b) Grade 5-2.

Die Ähnlichkeit zum Blech Grade 5-2 in den mechanischen Eigenschaften, der Isotropie und den EBSD-Ergebnissen, jedoch das Auftreten eines "mill-annealed" Gefüges könnte auf eine Warmumformung mit ähnlicher Umformtemperatur deuten, wo sich eine moderate Textur ausbildet und unter dynamischen Bedingungen, ohne folgende Rekristallisationsglühung, das häufig zeilige "mill-annealed" Gefüge zurückbleiben kann.

Die Oberflächen der beiden Proben unterschieden sich durch die Oxidschicht der Grade 5-2 Probe. Da die Temperaturbereiche der Proben ähnlich hoch gewesen sein sollten, könnte die metallisch glänzende, saubere Oberfläche vom Grade 5-1 Blech chemisch zur Entfernung der Oxidschicht und des dahinterliegenden  $\alpha$ -case behandelt worden sein.

Eine andere Analogie besteht in der Anisotropie und der ausgeprägten Zeiligkeit zwischen den beiden Blechen Grade 38 und Grade 5-3. Die Texturen sind einander ähnlich und stärker ausgeprägt als jene der rekristallisierten Proben. Für Grade 5-3 sind die Walzparameter bekannt. An dieser Stelle wird bewusst, in welch großem Temperaturfenster der Walzprozess, von direkt aus dem Ofen bis zu den letzten Umformschritten, insgesamt abläuft. Da Grade 38 eine andere Legierung mit höherem  $\beta$ -Anteil und niedrigerer  $\beta$ -Transustemperatur  $T_{\beta}$  ist, kann wie bereits erwähnt nur abgeschätzt werden, dass Grade 38 (Raumtemperatur  $\beta$ -Anteil von etwa 20%) bei ähnlichen oder leicht niedrigeren Temperaturen bearbeitet wurde, wie Grade 5-3, und ebenfalls ohne Rekristallisationsglühung, eventuell mit Spannungsarmglühung, bereitgestellt wurde. Deutlich höhere Festigkeit und Dehnung der Grade 38 könnten schließlich durch die in Kapitel 2.2.6 erwähnte Elektronendichte, durch ein homogenes Zweiphasengefüge und den höheren Anteil der  $\beta$ -Phase gerechtfertigt werden. Die geringere Brucheinschnürung neben den gemessenen Dehnungen im Vergleich, steht in diesem Fall offenbar auch für eine geringere Dehnungslokalisierung durch Inhomogenitäten. Über eine mögliche Anlassglühung ist keine Information vorhanden. Sichtbar in der Mikrostruktur waren jedoch nadelartige  $\alpha$ -Strukturen innerhalb der größer ausgedehnten  $\beta$ -Bereiche, bei denen es sich jedoch um die in Kapitel 2.2.5 angeführten  $\alpha_{sek}$ -Ausscheidungen handeln könnte.

Die Zeiligkeit von "mill-annealed" Titanblechen wird in [21] durch eine nicht vollständige Rekristallisation in Teilen des Gefüges beschrieben und außerdem durch mögliche chemische Unterschiede in der Zusammensetzung (Seigerungen) erklärt. Anhand der starken Zeiligkeit und dem offensichtlich geringeren R<sub>xx</sub>-Grad der Grade 5-3-Proben (oder auch Grade 38), deckt sich diese Aussage zusätzlich mit den detektierten Seigerungen, während der Ätzvorgänge. Weiters zu hinterfragen wäre der Einfluss des Kreuzwalzens auf das Gefüge.

Eine in dieser Arbeit erwähnte Gefügevariante für zweiphasige Titanlegierungen, das bimodale Gefüge, wurde in den untersuchten Blechen nicht vorgefunden. Wie in Kapitel 2.4.3. beschrieben, wird in der herangezogenen Literatur [18] das bimodale Gefüge als für diese Beanspruchung widerstandfähigstes Werkstoffgefüge erklärt. Die möglichen Einflüsse einer Anlassglühung sind ebenfalls in Kapitel 2.4.3 für die gegebene Anwendung, so wie allgemein in Kapitel 2.2 erläutert, ein Nachweis der dabei entstehenden Gefügeveränderungen, wie zum Beispiel das Entstehen von  $\alpha_2$  (Ti<sub>3</sub>Al) wurde in dieser Arbeit nicht vorgenommen.

Das Grade 5-3 wurde nach bekannten Parametern gewalzt. Die Ungenauigkeit der verwendeten Pyrometer wurde auf Grund der turbulenten Verhältnisse während des Walzens mit etwa ±30-50K angegeben. Für ein exaktes Verständnis der Temperaturdokumentation und den Einflüssen auf das Gefüge wäre eine Absenkung dieser Toleranzen vorteilhaft.

## 6. Zusammenfassung

Mit den generierten Ergebnissen konnten verschiedene Prozessrouten für das Walzen von Titanblechen verstanden werden und im Zuge der Literaturrecherche mögliche Parametersätze ausgearbeitet werden. Wie in Kapitel 5 ausführlich diskutiert, muss die Komplexität von Zweiphasenlegierungen berücksichtigt werden und für präzisere Aussagen zur Herstellung der untersuchten Bleche müssten teilweise tiefergehende Messungen angestellt werden oder weiteren Informationen über den Zustand der Benchmarkproben vorliegen. Die Texturmessungen sind eine hilfreicher Analysemethode zur Ermittlung der verwendeten Umformtemperaturen, im Falle der Temperatursensibilität von  $\alpha$ + $\beta$ -Texturen im Bereich typischer Umformtemperaturen (850°C-1000°C) erlauben sie jedoch lediglich grobe Aussagen über das gewählte Prozessfenster. Interessante Ergebnisse wurden, neben Untersuchungen von Ti-6Al-4V Proben, auch durch die Ausweitung des Werkstoffpools auf die neuartigere  $\alpha+\beta$ -Legierung Ti-4Al-2.5V-1.5Fe eingebracht. Besonders die herausragenden mechanischen Eigenschaften der Grade 38 von ATI propagieren das große Potential in der Legierungsentwicklung, zur Optimierung der bereits vielfach verwendeten Ti-6Al-4V, sowohl bezüglich mechanischer Eigenschaften, als auch der Herstellung auf Grund der höheren Duktilität und geringeren Fließspannung.

Die vorliegende Arbeit kann mit dem Hinweis auf eine stetige Dokumentation der Prozessführung als Nachschlagewerk verstanden werden. Aussagekräftige Ergebnisse über das Verhalten gegenüber extremen Beanspruchungen durch Projektile werden erst durch Beschusstests erhalten. Ein kontinuierlicher Abgleich zwischen den mechanischen und metallkundlichen Eigenschaften soll dazu dienen, mögliche Korrelationen zu erkennen bzw. auszuschließen und könnte in weiterer Folge über die Prozessparameter besser steuerbar werden. Eine genaue Temperaturführung nach den empfohlenen Herstellrouten, angepasste Wärmebehandlungen und der Einsatz des richtigen Vormaterials enthalten ein hohes Potential für die Verbesserung der Eigenschaften der produzierten Bleche.

Im Speziellen deuten die Ergebnisse darauf hin, dass für die "mill-annealed"-Variante die Einhaltung einer Umformtemperatur von mindestens 850°C, wie bereits in [21] betont, von großer Bedeutung ist und je nach angestrebtem Gefüge bzw. gewünschter Textur bis zu 1000°C (Durchschnittswerte) Umformtemperatur möglich sein sollten. Nachfolgende Wärmebehandlungen oder ein kontrollierter Temperaturverlauf nach und während des Umformens sind zum Erreichen eines wohldefinierten Gefügezustandes notwendig. Die Option einer Rekristallisationsglühung würde eine größere Bandbreite an Gefügemodifikationen zulassen.

Der Diskussionspunkt des Vormaterials könnte durch eine Charakterisierung ergänzt werden und im Fall von Inhomogenitäten, wie im vorliegenden Beispiel, ist die Wirtschaftlichkeit einer vorhergehenden Diffusionswärmebehandlung zu hinterfragen, die auch den Einsatz des hier verwendeten, preiswerteren EB-Materials ermöglichen könnte.
## Literaturverzeichnis

- [1] Quelle Internet: <u>http://www.bohler-bleche.com/de/Profil.php</u>, Stand 12.09.2019
- [2] C. Leyens, M. Peters, "Titanium and titanium alloys", Wiley-VCH, Weinheim, 2003
- [3] G. Lütjering, J.C. Williams, "Titanium", Springer, Berlin, 2003
- [4] ASTM: Designation B265-08, Standard Specification for Titanium and Titanium Alloy Strip, Sheet and Plate, 2009
- [5] B. Buchmayr, Umformtechnik für Werkstoffwissenschafter, Vorlesungsskriptum, Montanuniversität Leoben, Ausgabe WS 2016/2017
- [6] D. Bryan, ATI 425 Alloy Formability: Theory and Application, Trans Tech Publications Switzerland, 2014, 543-546
- [7] Y.N. Wang, J.C. Huang, Texture Analysis in hexagonal materials, Materials Chemistry and Physics 81, 2003, 11-26
- [8] D. Dunst, H. Mecking, Analysis of Experimental and Theoretical Rolling Textures of Two-phase Titanium Alloys, Z. Metallkd. 87, 1996, 498-507
- [9] K. Morii, H. Mecking, G. Lütjering, Proc. 7th Int. Conf. on Strength of Metals and Alloys, edited by H.J. McQueen et al. Pergamon Press, Oxford, 1985
- [10] Wikipedia: NATO AEP-55 STANAG 4569 Internet: https://de.wikipedia.org/wiki/STANAG 4569, Zugriff 26.04.2019
- [11] VPAM, Prüfrichtlinie "Allgemeine Prüfgrundlagen für ballistische Material-, Konstruktions- und Produktprüfungen", Fassung 2, Stand 30.11.2014
- [12] VPAM, Prüfrichtlinie "Sondergeschützte Fahrzeuge" Durchschusshemmung, Fassung 2, Stand 31.01.2014
- [13] G. Sukumar, B. Bhav Singh, Amit Bhattacharjee, K. Sivakumar, A.K Gogia, Effect of heat treatment on mechanical properties and ballistic performance of Ti-4Al-2.3V-1.9Fe, Materials Today: Proceedings 2, 2015, 1102-1108
- B. Buchmayr, T. Hatzenbichler, F. Kessler, Vergleichende Untersuchungen zum Eindring- und Durchziehverhalten von Feinblechen, BHM, 153. Jg., 2008, 443-449
- [15] M.E. Backman, W. Goldsmith, The mechanics of penetration of projectiles into targets, Int J. Engng. Sci 16, 1978
- [16] R.C. Laible, Ballistic materials and penetration mechanics, 1980

- [17] S.J. Manganello, K.H. Abbott, Metallurgical factors affecting the ballistic behavior of steel targets, AMMRC TR 72-31, 1972
- [18] D. Lee, Y.H. Lee, S. Lee, C.S. Lee, S. Hur, Dynamic Deformation Behavior and Ballistic Impact Properties of Ti-6AI-4V Alloy Having Equiaxed and Bimodal Microstructures, Metallurgical and Materials Transactions A, Volume 35A, 2004, 221-234
- [19] D. Lee, Y.G. Kim, D. Nam, S. Hur, S. Lee, Dynamic deformation behavior and ballistic performance of Ti-6Al-4V alloy containing fine  $\alpha_2$  (Ti<sub>3</sub>Al) precipitates, Materials Science and Engineering A391, 2005, 3103-3112
- [20] B. B. Singh, G. Sukumar, A. Bhattacharjee, K.S. Kumar, T. B. Bhat, A.K. Gogia, Effect of heat treatment on ballistic impact behavior of Ti-6Al-4V against 7.62mm deformable projectile, Materials & Design 36, 2012, 640-649
- [21] S. Pretterhofer, Untersuchung der mechanischen Eigenschaften ein Ti-6Al-4V Legierung durch gezieltes Einstellen des Gefüges beim thermomechanischen Walzen von Blechen, Masterarbeit, Montanuniversität Leoben, 2018
- [22] H. Oettel, H. Schuhmann, Metallographie mit einer Einführung in die Keramographie,15. Auflage Wiley VCH, Weinheim, 2011
- [23] VDA: FAT-Richtlinie Dynamische Werkstoffkennwerte für die Crashsimulation, crashMAT, 2007
- [24] A.J. Schwartz, M. Kumar, B.L. Adams, D.P. Field, Electron Back Scatter Diffraction in Materials Science, Second Edition, Springer, New York, 2009