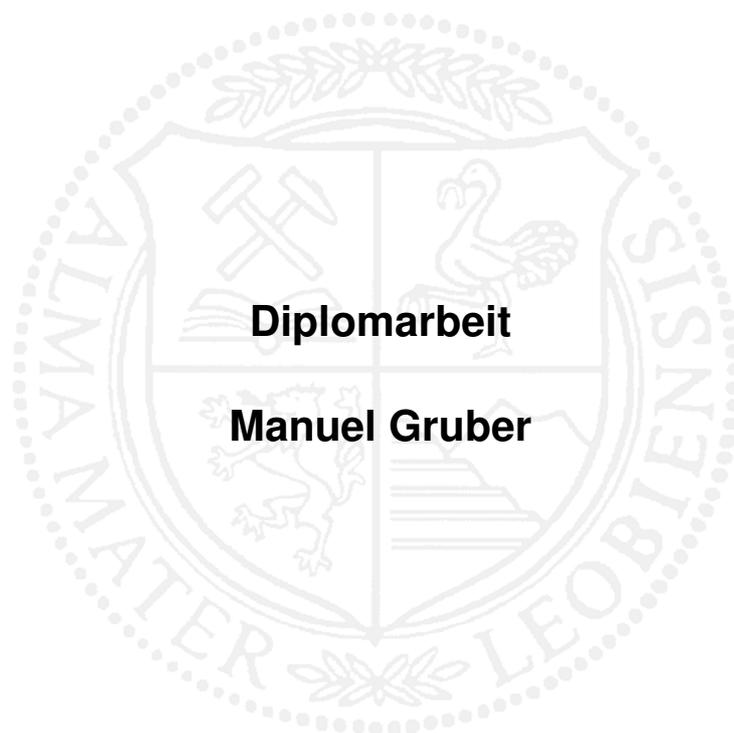


Montanuniversität Leoben

**Einfluss der pulvermetallurgischen Herstellung
auf Gefüge und Eigenschaften
intermetallischer Titanaluminid-Legierungen**



Die vorliegende Arbeit wurde am Department Metallkunde und Werkstoffprüfung der Montanuniversität Leoben in Kooperation mit der Robert Bosch GmbH durchgeführt.

Leoben, Oktober 2014

Diese Arbeit wurde im Rahmen des Research Studios Austria „Werkstoffe und Bauteile für energieeffiziente Motoren und Antriebe sowie für die Energietechnik“ (Projekt 832040) der österreichischen Forschungsförderungsgesellschaft (FFG) durchgeführt.

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.

Danksagung

An erster Stelle möchte ich mich bei meinen Betreuern Herrn Prof. Dr. Helmut Clemens und Frau Dr. Svea Mayer für die Unterstützung bei der Durchführung meiner Diplomarbeit, die zahlreichen Ratschläge, die stets offenen Türen sowie für die Korrektur der Arbeit herzlich bedanken.

Ein weiterer Dank gilt meinen Kollegen aus der TiAl-Arbeitsgruppe, nicht nur für die fachlichen Anregungen und die tatkräftige Unterstützung während dem Entstehen dieser Arbeit, sondern auch für das angenehme Arbeitsklima während meiner Zeit als studentischer Mitarbeiter.

Herrn Dr. Bernd Reinsch und Herrn Dr. Andreas Burghardt von der Robert Bosch GmbH danke ich für die gute Zusammenarbeit, die anregenden Diskussionen bei den zahlreichen Gesprächen und ganz besonders für die ständige Erreichbarkeit und stets schnelle Beantwortung offener Fragen.

Abschließend möchte ich mich bei meiner Familie, meiner Freundin Tanja und meinem Freundeskreis für den privaten Rückhalt während des gesamten Studiums bedanken.

Inhaltsverzeichnis

Abkürzungsverzeichnis	III
1 Einleitung und Motivation.....	1
2 Theoretische Grundlagen	3
2.1 Motorenaufladung mittels Abgasturbolader	3
2.2 TNB Legierungssystem.....	5
2.3 Herstellung metallischer Pulver.....	6
2.4 Heißisostatisches Pressen.....	7
2.5 Metallpulverspritzen	7
2.6 Einfluss von Sauerstoff auf TiAl-Legierungen	7
2.7 TNM-Legierungssystem.....	8
3 Probenmaterial und experimentelle Methoden.....	10
3.1 Probenmaterial.....	10
3.1.1 Heißisostatisch gepresste TNB-V5-Proben	10
3.1.2 Metallpulvergespritzte TNB-V5-Proben.....	11
3.1.3 TNM homogenisiert.....	11
3.2 Probenpräparation	12
3.3 Wärmebehandlungen.....	13
3.4 Lichtmikroskopische Untersuchungen	13
3.5 Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen.....	13
3.6 Untersuchungen mittels Rückstreuungselektronenbeugung.....	14
3.7 Röntgendiffraktometrische Untersuchungen.....	14
3.8 Härtemessungen.....	14
3.9 Transmissionselektronenmikroskopische Untersuchungen	15
3.10 Dynamische Differenzkalorimetrie Messungen	15
3.11 Berechnung eines Phasendiagramms	16
4 Ergebnisse und Diskussion	17
4.1 Grundcharakterisierung der Proben.....	17
4.1.1 HIP-TNB-V5	17
4.1.2 MIM-TNB-V5	18

4.1.3	HIP-TNB-V5 nach MIM-Sinterprofil	19
4.1.4	TNM feinkörnig geschmiedet	20
4.1.5	TNM nach MIM-Sinterprofil	20
4.1.6	Übersicht und Vergleich: Grundcharakterisierung.....	22
4.2	Wärmebehandlungen.....	23
4.2.1	1250 °C, 60 min, Ölabschreckung	24
4.2.2	1350 °C, 60 min, Ölabschreckung	26
4.2.3	1445 °C, 15 min, Ölabschreckung	28
4.2.4	1500 °C, 15 min, Ölabschreckung	30
4.2.5	1500 °C, 15 min, Ofenabkühlung.....	32
4.2.6	1550 °C, 15 min, Ofenabkühlung	33
4.2.7	Übersicht: Ergebnisse der Wärmebehandlungen.....	35
4.3	Auswirkung von Sauerstoff auf die TNB-V5-Legierung.....	36
4.4	Berechnung des TNB-V5-Phasendiagramms für verschiedene Sauerstoffgehalte.....	39
4.5	DSC-Messungen zur Überprüfung der berechneten Phasendiagramme.....	40
4.6	Ergebnisse der TEM-Untersuchungen.....	43
4.7	Grundcharakterisierung weiterer potentieller Legierungen für den MIM-Prozess.....	44
4.7.1	Legierung X2.....	45
4.7.2	Legierung X4.....	46
4.7.3	Legierung X5.....	47
5	Zusammenfassung der Ergebnisse und Ausblick.....	49
	Literaturverzeichnis.....	V
	Anhang A.....	IX
	Anhang B.....	XI

Abkürzungsverzeichnis

[°]	Grad
[°C]	Grad Celsius
[Å]	Ångström
A2	Kristallstruktur der ungeordneten, kubisch-raumzentrierten β -TiAl-Phase
A3	Kristallstruktur der ungeordneten, hexagonalen α -TiAl-Phase
AC	Abkühlen an Luft (engl.: Air Cooling)
Al	Aluminium
[at.%]	Atomprozent
[at.ppm]	Millionster Teil der Gesamtatomanzahl
B	Bor
B2	Kristallstruktur der geordneten, kubisch-raumzentrierten β_0 -TiAl-Phase
BSE	Rückstreuелектронен (engl.: Back-Scattered Electrons)
[cm ³]	Kubikzentimeter
Cr	Chrom
d₁₀	Partikelgröße, die von 10 m.% eines Pulvers unterschritten wird
d₅₀	Partikelgröße, die von 50 m.% eines Pulvers unterschritten wird
d₉₀	Partikelgröße, die von 90 m.% eines Pulvers unterschritten wird
DO₁₉	Kristallstruktur der geordneten, hexagonalen α_2 -Ti ₃ Al-Phase
DSC	Dynamischen Differenzkalorimetrie (engl.: Differential Scanning Calorimetry)
EBSD	Rückstreuелектроненbeugung (engl.: Electron Back-Scattered Diffraction)
EDX	Energiedispersive Röntgenspektroskopie (engl.: Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy)
EIGA	Verfahren zur Herstellung metallischer Pulver (engl.: Electrode Induction Melting Gas Atomization)
FC	Abkühlen im Ofen (engl.: Furnace Cooling)
[g]	Gramm
hdp	hexagonal dichteste Packung
HIP	heißisostatisches Pressen
HIP-TNB-V5	Mittels heißisostatischen Pressens hergestellte TNB-Legierung mit 5 at.% Niob
HV 0,3	Härte nach Vickers mit einer Prüfkraft von 2,94 N
HV 10	Härte nach Vickers mit einer Prüfkraft von 98,1 N
i	Arbeitsspiele pro Umdrehung
[K]	Kelvin
krz	kubisch-raumzentriert
[kV]	Kilovolt
L	Flüssigphase (engl.: Liquid)
L1₀	Kristallstruktur der geordneten γ -TiAl-Phase
La	Lanthan
[m.%]	Massenprozent
[m.ppm]	Millionster Teil der Gesamtmasse

[mA]	Milliampere
[mg]	Milligramm
MIM	Metallpulverspritzgießen (engl.: Metal Injection Molding)
MIM-TNB-V5	Mittels Metallpulverspritzgießen hergestellte TNB-Legierung mit 5 at.% Niob
[min]	Minuten
[mm]	Millimeter
Mo	Molybdän
[MPa]	Megapascal
n	Kurbelwellendrehzahl
N	Stickstoff (lat.: Nitrogenium)
[N]	Newton
Nb	Niob
O	Sauerstoff (lat.: Oxygenium)
OQ	Ölabschrecken (engl.: Oil Quenching)
P	Phosphor
P_i	innere Leistung
PIGA	Verfahren zur Herstellung metallischer Pulver (engl.: Plasma Melting Induction Guiding Gas Atomization)
PIPS	System zur Präparation von TEM-Proben (engl.: Precision Ion Polishing System)
p_{mi}	innerer Mitteldruck
REM	Rasterelektronenmikroskop
S	Schwefel
Si	Silizium
TEM	Transmissionselektronenmikroskop
tfz	tetragonal-flächenzentriert
Ti	Titan
TiAl	Titanaluminid
TNB	Titanaluminidlegierung mit Niob legiert
TNB-V5	TNB-Legierung mit 5 at.% Niob
TNM	Titanaluminidlegierung mit Niob und Molybdän legiert
[V]	Volt
V_h	Hubraum pro Zylinder
[Vol.%]	Volumenprozent
XRD	Röntgenbeugung (engl.: X-Ray Diffraction)
z	Zylinderanzahl
α	ungeordnete TiAl-Phase mit hdp-Gitter
α₂	geordnete Ti ₃ Al-Phase mit hdp-Gitter
β	ungeordnete TiAl-Phase mit krz-Gitter
β_o	geordnete TiAl-Phase mit krz-Gitter
γ	geordnete TiAl-Phase mit tfz-Gitter
Θ	Einfalls- bzw. Ausfallswinkel Theta
[μg]	Mikrogramm
[μm]	Mikrometer

1 Einleitung und Motivation

In Hinblick auf Treibstoffverbrauch und gesetzliche Bestimmungen bezüglich Abgasemission und Lärmentwicklung ist die Entwicklung von immer effizienteren und leiseren Verbrennungsmotoren von großer Bedeutung für die Automobilindustrie. Eine Möglichkeit, diese Ziele zu verwirklichen, bietet das sogenannte Downsizing, also Motoren zu bauen, die dieselbe Leistung aus kleineren Hubräumen liefern. Eine Schlüsselrolle hierbei übernehmen Abgasturbolader, die aufgrund steigender Verbrennungstemperaturen, höherer Drücke und Umdrehungszahlen immer stärker belastet werden. Zudem sollten diese rotierenden Bauteile möglichst leicht sein, um das Massenträgheitsmoment zu minimieren. Dadurch kann der Turbolader die gewünschte Drehzahl schneller erreichen und rascher den Ladedruck aufbauen. Da Automobile einer großen Anzahl von Geschwindigkeitswechseln unterworfen sind, ist ein schnelles Ansprechen des Turboladers, also eine Reduktion des sogenannten "Turbolochs" bei niedrigen Drehzahlen, von großer Bedeutung in Hinblick auf Effizienz und Fahrkomfort des Fahrzeugs. Dementsprechend hoch ist das Interesse an der Entwicklung innovativer Hochtemperaturwerkstoffe mit geringer spezifischer Dichte [1-4].

Intermetallische TiAl-Legierungen zeichnen sich durch eine geringe Dichte aus, die mit 3,9 bis 4,2 g/cm³ nur etwa der Hälfte von herkömmlichen Nickelbasislegierungen entspricht. Des Weiteren zeichnen sie sich sowohl durch hohe spezifische Festigkeit und Steifigkeit bei hohen Temperaturen als auch durch gute Oxidationsbeständigkeit aus. Aufgrund dieser Eigenschaften sind Titanaluminid (TiAl)-Legierungen, trotz geringerer Bruchzähigkeit, geringerem Widerstand gegenüber Risswachstum und der Schwierigkeit eine kostengünstige Massenproduktion zu realisieren, eine attraktive Alternative zu den bisher für Turboladerlaufräder verwendeten Nickelbasislegierungen [4-6]. Erstmals wurde bereits 1999 mit dem Mitsubishi Lancer Evolution VI ein Serienfahrzeug mit einem TiAl-Turboladerlaufrad ausgestattet [7].

Die in dieser Arbeit untersuchten TiAl-Legierungen wurden pulvermetallurgisch mittels Metallpulverspritzgießen einerseits und heißisostatischem Pressen andererseits hergestellt. Als Vergleich und Referenzprobe diente eine schmelzmetallurgisch hergestellte und anschließend feinkörnig geschmiedete Probe anderer Zusammensetzung, deren Gefüge einer heißisostatisch gepressten Probe sehr ähnlich ist. Bei den pulvermetallurgischen Herstellrouten werden, abhängig vom jeweiligen Verfahren, Verunreinigungen (allen voran Sauerstoff) in das Material eingebracht. Ziel dieser Diplomarbeit ist eine Grundcharakterisierung der verwendeten TiAl-Legierungen und die Ermittlung der noch weitestgehend unbekanntenen Auswirkungen des interstitiellen Sauerstoffs bzw. weiterer durch das Metallpulverspritzgießen eingebrachter Elemente. Von besonderem Interesse ist

dabei der Einfluss auf das Phasendiagramm, auf Umwandlungsmechanismen und damit die Folgen auf das eingestellte Endgefüge und dessen Eigenschaften in Hinblick auf einen möglichen Einsatz von mittels Metallpulverspritzgießen hergestellten TiAl-Turboladerlaufräder.

Ausgehend vom gelieferten Grundmaterial wurden über verschiedene Wärmebehandlungen unterschiedliche Gefügetypen eingestellt, deren Mikrostruktur ebenso wie jene des Grundmaterials mittels Licht- bzw. Rasterelektronenmikroskop analysiert wurde. Um einen noch genaueren Eindruck von der Mikrostruktur und Versetzungsstruktur zu bekommen, wurde an einem Gefügezustand eine transmissionselektronenmikroskopische Untersuchung vorgenommen. Zur Bestimmung der Phasenanteile wurden röntgendiffraktometrische Untersuchungen mit anschließender Rietveld Analyse durchgeführt. Jene Phasen, die durch röntgendiffraktometrische Messungen nicht zugeordnet werden konnten, wurden mittels energiedispersiver Röntgenanalyse untersucht. Um Rückschlüsse auf die mechanischen Eigenschaften ziehen zu können, wurden Härtemessungen durchgeführt. Um die Auswirkungen des Sauerstoffs auf das Phasendiagramm abschätzen zu können, wurde die Software Thermo-Calc eingesetzt. Die berechneten Phasendiagramme wurden mit den Ergebnissen aus DSC-Messungen und Abschreckversuchen verglichen.

2 Theoretische Grundlagen

2.1 Motorenaufladung mittels Abgasturbolader

Die innere Leistung P_i eines Verbrennungsmotors lässt sich durch Gleichung 2.1 beschreiben und hängt somit ab vom inneren Mitteldruck p_{mi} , dem Hubraum pro Zylinder (V_h), der Zylinderanzahl (z), der Motoren- bzw. Kurbelwellendrehzahl (n) und der Arbeitsspiele pro Umdrehung ($i=0,5$ für einen Viertaktmotor, $i=1$ für einen Zweitaktmotor) [8].

$$P_i = p_{mi} \times V_h \times z \times n \times i \quad (2.1)$$

Eine Leistungssteigerung lässt sich demnach durch eine Vergrößerung des Hubraumes, eine Erhöhung der Zylinderanzahl, der Drehzahl oder des inneren Mitteldrucks realisieren. Mehr Hubraumes bzw. eine größere Zylinderanzahl führt zu schwereren Motoren und wirkt sich auch negativ auf Reibung und Wärmehaushalt aus. Weil sich eine höhere Drehzahl negativ auf die mechanische Standfestigkeit auswirkt, handelt es sich bei der Erhöhung des inneren Mitteldrucks um die effizienteste Möglichkeit der Leistungssteigerung eines Verbrennungsmotors. Eine Möglichkeit den inneren Mitteldruck zu erhöhen, bietet die Integration eines Abgasturboladers, wie es in Abb. 2.1 für einen Vierzylindermotor dargestellt ist.

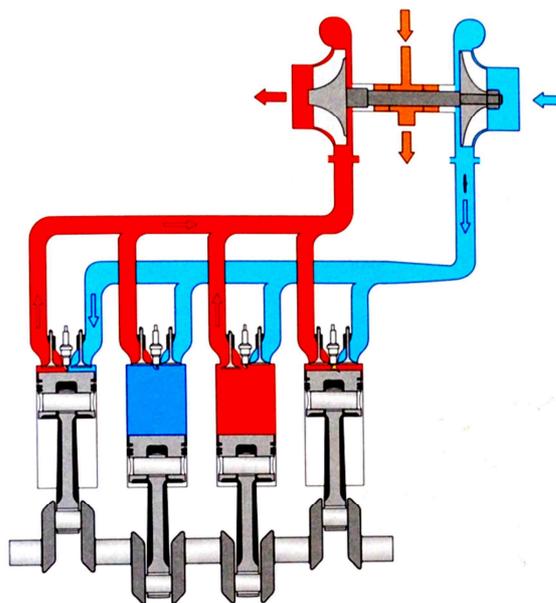


Abb. 2.1: Schematische Darstellung eines mit Abgasturbolader versehenen Vierzylindermotors [2]

Der Abgasturbolader entzieht dem Abgasstrom Energie und nützt diese zum Antrieb einer Turbine. Auf derselben Welle wie die Turbine befindet sich ein Verdichter, der dem Verbrennungsmotor verdichtete Luft zuführt und somit den inneren Mitteldruck erhöht [2, 8].

Ein sinnvolles Konzept zur Effizienzsteigerung bietet somit das Downsizing, also eine Reduktion der Zylinder bzw. des Hubraumes der einzelnen Zylinder, bei gleichzeitiger Turboaufladung, um die Leistungsverluste auszugleichen. Dabei handelt es sich insgesamt weniger um eine Erhöhung des Wirkungsgrades, als um eine Verlagerung des Betriebspunktes in Richtung höherer Lasten und somit geringeren Kraftstoffverbrauchs. Der zusätzliche Einsatz eines Ladeluftkühlers erhöht die Dichte der Luft und damit bei gleichem Volumen die zur Verbrennung verfügbare Luftmasse. Dadurch kann eine weitere Leistungssteigerung bei weniger Verbrauch und Schadstoffemission erreicht werden. Um das Ansprechverhalten des Turboladers zu verbessern, ist ein möglichst geringes Massenträgheitsmoment anzustreben. Neben der Reduktion des Raddurchmessers ist daher vor allem eine möglichst geringe Masse des Laufrades wünschenswert [2, 8].

Vor allem TiAl-Legierungen besitzen aufgrund ihrer hohen spezifischen Festigkeit und Steifigkeit bei hohen Temperaturen und gleichzeitiger Oxidationsbeständigkeit großes Potential, herkömmliche etwa doppelt so schwere Nickelbasislegierungen zu substituieren [4-6]. Abbildung 2.2 zeigt das verbesserte Ansprechverhalten eines TiAl-Turboladers im Vergleich zu jenem eines Nickelbasis-Turboladers.

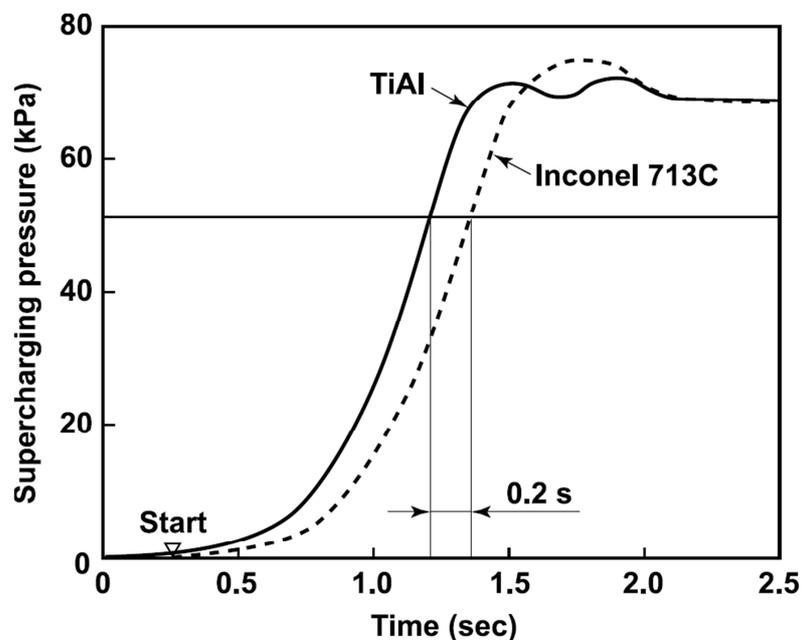


Abb. 2.2: Vergleich des Ansprechverhaltens eines TiAl-Turboladers mit jenem eines Inconel 713C (Nickelbasis)-Turboladers [9]

2.2 TNB Legierungssystem

Der Name TNB leitet sich von Titanaluminid und der Hauptkomponente **Niob** ab. Abbildung 2.3 zeigt einen Schnitt durch das ternäre Phasendiagramm Ti-Al-Nb für einen konstanten Aluminiumgehalt von 45 Atomprozent (at.%). Die Legierung, die im Rahmen dieser Arbeit von Interesse ist, hat einen Niob Gehalt von 5 at.% und wird in Folge als TNB-V5 bezeichnet. Die für diese Legierung auftretenden Phasen und Kristallstrukturen sind in Abb. 2.3 schematisch dargestellt und in Tab. 2.1 zusammengefasst.

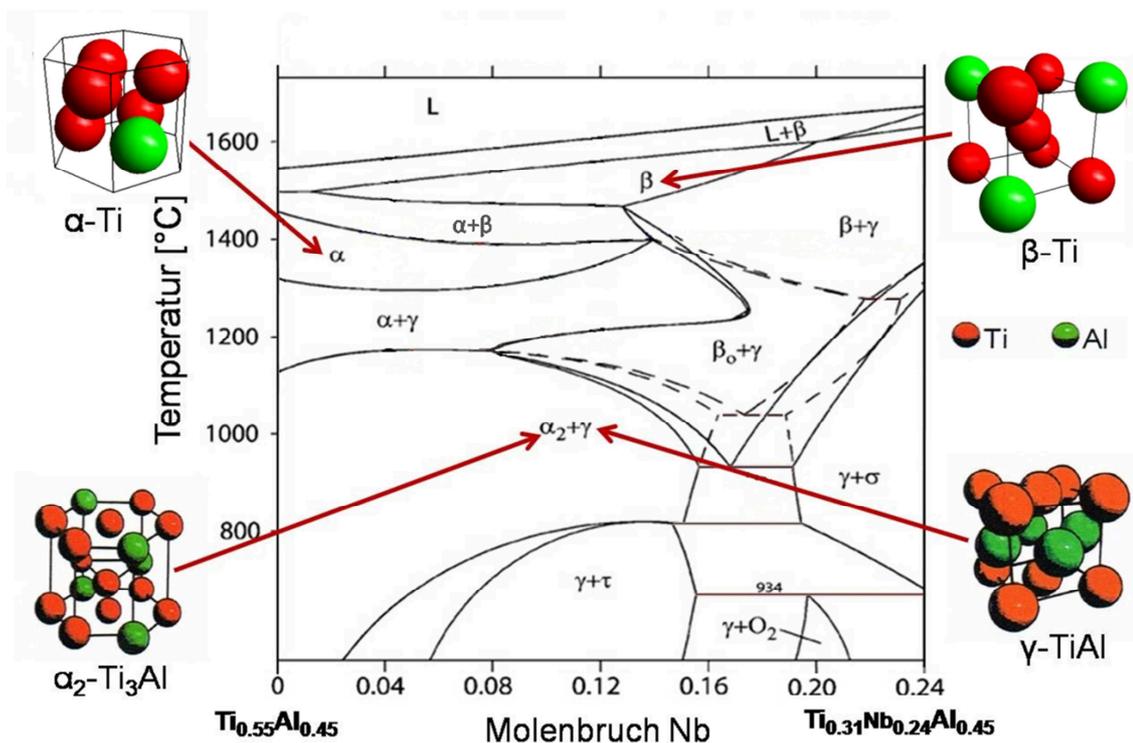


Abb. 2.3: Schnitt durch das Ti-Al-Nb Phasendiagramm für einen konstanten Al-Gehalt von 45 at.% mit schematischer Darstellung der Phasen und Kristallstrukturen [10-12]

Dem Phasendiagramm aus Abb. 2.3 nach zu urteilen, würden sich bei Abkühlung aus der Schmelze folgende Phasen einstellen: Flüssigphase (engl.: Liquid, L) \rightarrow L+ β \rightarrow β \rightarrow β + α \rightarrow α \rightarrow α + γ \rightarrow α_2 + γ . Bei der β \rightarrow β + α Umwandlung scheidet sich α aus der β Phase, entsprechend der Burgers Orientierungsbeziehung $\{110\}_\beta \parallel (0001)_\alpha$ und $\langle 111 \rangle_\beta \parallel \langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha$, aus. Bei weiterer Abkühlung scheiden sich γ -Lamellen in den stängelförmigen α -Körnern aus. Aufgrund dieser Umwandlungen ist von einem lamellaren Endgefüge aus α_2 , welches sich abschließend aus α bildet, und γ auszugehen, wobei in lamellaren Kolonien zwischen der α_2 - und γ -Phase die Blackburn Orientierungsbeziehung $(0001)_{\alpha_2} \parallel \{111\}_\gamma$ und $\langle 11\bar{2}0 \rangle_{\alpha_2} \parallel \langle 1\bar{1}0 \rangle_\gamma$ gilt [12-14].

Tab. 2.1: In einer TNB-V5 Legierung auftretende Phasen (ohne Boride und Karbide) [12]

Phase	Gittertyp	Kristallstruktur
α -Ti	hdp	A3
α_2 -Ti ₃ Al	hdp	DO ₁₉
β -Ti	krz	A2
γ -TiAl	tfz	L1 ₀

2.3 Herstellung metallischer Pulver

Metallische Pulver für pulvermetallurgische Herstellrouten können über verschiedene Verfahren hergestellt werden. Ohne näher darauf einzugehen, seien als Beispiele die zwei Methoden **E**lectrode **I**nduction **M**elting **G**as **A**tomization (EIGA) und **P**lasma **M**elting **I**nduction **G**uiding **G**as **A**tomization (PIGA) genannt, welche in [15] beschrieben werden.

Ein Problem bei der Herstellung von metallischen Pulvern ist die Verunreinigung mit interstitiellem Sauerstoff, dessen Auswirkungen in Kapitel 2.6 näher erläutert werden. Abbildung 2.4 zeigt für ein mittels PIGA-Verfahren hergestelltes Pulver, wie der Sauerstoffgehalt des Pulvers mit abnehmender Partikelgröße ansteigt, während der Stickstoffgehalt annähernd konstant bleibt.

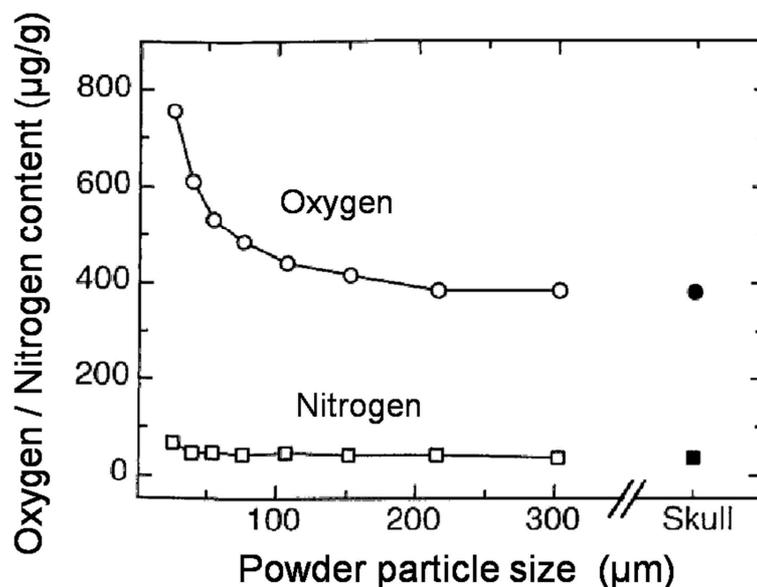


Abb. 2.4: Darstellung des Sauerstoff- und Stickstoffgehaltes [µg/g] in Abhängigkeit der Partikelgröße [µm] eines mittels PIGA-Verfahren hergestellten Pulvers und des Grundmaterials (Skull) [15]

2.4 Heiisostatisches Pressen

Das heiisostatische Pressen (HIP) ist eine pulvermetallurgische Herstellroute fr TiAl-Legierungen, bei der das Metallpulver unter Inertgas in eine Metallkapsel aus Titan oder Ti-6Al-4V (in Massenprozent, m.%) gefllt wird, welche anschlieend evakuiert, versiegelt und bei einer bestimmten Temperatur verdichtet wird. Die Haltezeit variiert zwischen 2 und 4 Stunden, wobei durch Wahl von Temperatur (zwischen 1000 und 1300 °C) und Druck (150 - 200 MPa) unterschiedliche, mitunter sehr feine Mikrostrukturen eingestellt werden knnen [12, 15]. Durch Zugabe von Bor, welches mit Titan Boride bildet, kann das Kornwachstum reduziert werden [15].

2.5 Metallpulverspritzgieen

Beim Metallpulverspritzgieen (engl.: **Metal Injection Molding**, MIM) handelt es sich um eine konomische, pulvermetallurgische Herstellroute fr kleine Formen von komplexer Geometrie. Beim MIM-Prozess wird das Metallpulver mit einem thermoplastischen Polymer und/oder Wachs vermengt, in die entsprechende Form gebracht und anschlieend bei hohen Temperaturen gesintert, wobei der Binder wieder ausgebrannt wird [15]. Probleme, die mit dieser Herstellroute unweigerlich einhergehen, sind einerseits eine verbleibende Restporositt, andererseits eine Kontamination des Pulvers mit Sauerstoff, Stickstoff und Kohlenstoff aus dem Binder bzw. durch die Ofenatmosphre beim Sinterprozess. Um eine schnelle Verdichtung beim Sintern zu gewhrleisten und kleinere Poren zu erhalten, sind mglichst feine Pulver mit einem Partikeldurchmesser < 45 µm empfehlenswert [16]. Abbildung 2.4 zeigt, dass bei derart feinen Pulvern bereits im Grundmaterial mit erheblichen Mengen an Sauerstoff zu rechnen ist.

2.6 Einfluss von Sauerstoff auf TiAl-Legierungen

Titan und Titanlegierungen sind fr ihre hohe Affinitt zu Sauerstoff bekannt [17]. Atomsondenmessungen haben gezeigt, dass in zweiphasigen TiAl-Legierungen die γ -Phase nur geringe Mengen an Sauerstoff (ca. 300 at. ppm) lsen kann, whrend in der α_2 -Phase Sauerstoffgehalte bis ca. 6 at. % dokumentiert sind [18]. Lamirand et. al. [19] konnte fr eine Ti-48Al-2Cr-2Nb (Angabe, wenn nicht anders erwhnt, immer in at.%) Legierung zeigen, dass Sauerstoff die lamellare Mikrostruktur stabilisiert. Des Weiteren konnte gezeigt werden, dass sowohl der α_2 -Phasenanteil (siehe Abb. 2.5 a), die Mikrohrte (Abb. 2.5 b) und die Fliegrenze fr diese Legierung mit steigendem Sauerstoffgehalt zunehmen, whrend die Bruchdehnung abnimmt, wenn man nach 3mintiger Glhung bei 1350 °C (α -Einphasengebiet) kontinuierlich abkhlt. Werden diese Proben anschlieend bei 1150 °C angelassen, ist eine

deutlich kleinere Zunahme des α_2 -Phasenanteils mit zunehmenden Sauerstoffgehalt zu beobachten (Abb. 2.5 a), wodurch darauf geschlossen werden kann, dass sich der Sauerstoff stärker auf die Umwandlungskinetik der $\alpha \rightarrow \alpha+\gamma$ als auf das Phasengleichgewicht auswirkt [20]. Auch die Mikrohärtigkeit nimmt durch das anschließende Anlassen mit zunehmenden Sauerstoffgehalt weniger stark zu (Abb. 2.5 b).

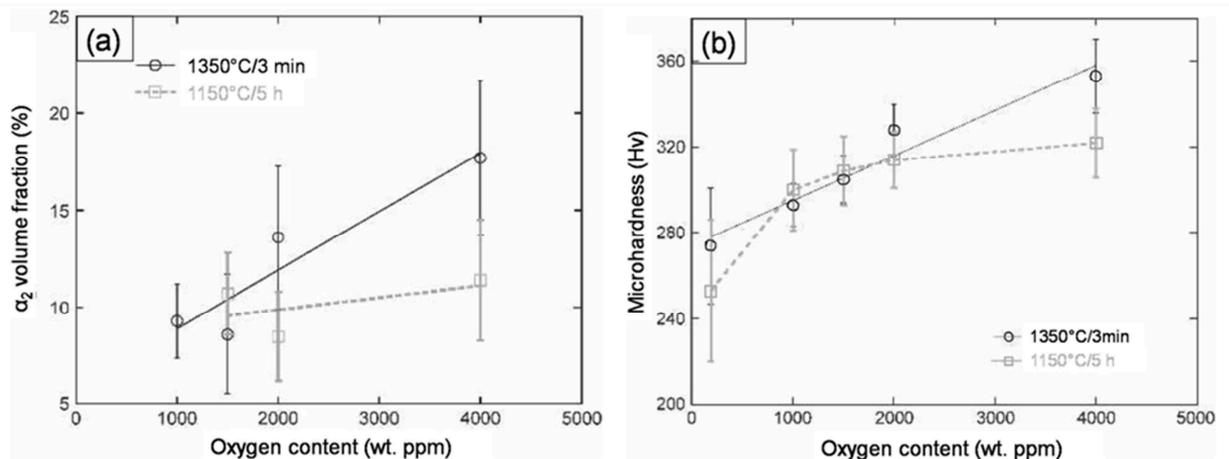


Abb. 2.5: Abhängigkeit des α_2 -Phasenanteils (a) und der Mikrohärtigkeit (b) von der jeweiligen Wärmebehandlung und dem Sauerstoffgehalt [20]

Berechnungen für die α_2/γ Grenzfläche haben gezeigt, dass sich durch Anwesenheit von Sauerstoff sowohl die Stapelfehlerenergie als auch die Schubspannungen der berechneten Gleitsysteme an dieser Grenzfläche erhöhen, was zu einem spröderen Verhalten des Materials führt [21]. Diese Ergebnisse decken sich mit den in [20] durchgeführten experimentellen Versuchen.

2.7 TNM-Legierungssystem

Der Name TNM leitet sich von **T**itanaluminid und den weiteren Hauptkomponenten **Niob** und **Molybdän** ab. Als TNM-Legierung bezeichnet man jene Legierungen mit einer chemischen Zusammensetzung von Ti-(42-44)Al-(3-5)Nb-(0.1-2)Mo-(0.1-1)B. Laut dem Phasendiagramm (Abb. 2.6) stellen sich für die im Rahmen dieser Arbeit verwendete Ti-43,5Al-4Nb-1Mo-0,1B-Legierung bei Abkühlung aus der Schmelze folgende Phasen ein: $L \rightarrow L+\beta \rightarrow \beta \rightarrow \beta+\alpha \rightarrow \alpha \rightarrow \alpha+\gamma \rightarrow \alpha+\beta+\gamma \rightarrow \alpha+\beta_0+\gamma \rightarrow \alpha_2+\beta_0+\gamma$. Bei Raumtemperatur besteht das Gefüge somit aus den drei intermetallischen Ordnungsphasen α_2 -Ti₃Al, β_0 -TiAl und γ -TiAl. Die Boridphase wird wegen des geringen Anteils nicht berücksichtigt. Durch eine geeignete Wärmebehandlung lässt sich der Anteil der in Hinblick auf mechanische Eigenschaften unerwünschten β_0 -Phase (Gittertyp: krz, Kristallstruktur: B2) minimieren. Die TNM Legierung wurde speziell für Schmiedeanwendungen

entwickelt, wobei die Besonderheit des Materials darin besteht, dass es nicht nur isotherm, sondern auch konventionell geschmiedet werden kann. Konventionell wird diese Legierung im $\alpha+\beta$ -Zweiphasengebiet geschmiedet, wobei die ungeordnete β -Phase für die gute Schmiedbarkeit verantwortlich ist [22].

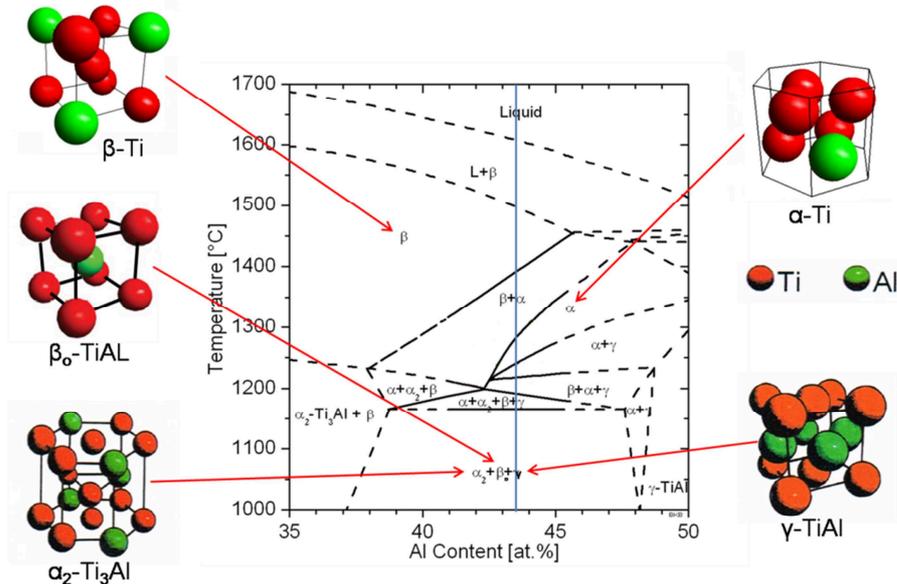


Abb. 2.6: Ti-Al Phasendiagramm nach [11] für 4 at.% Nb, 1 at.% Mo und 0,1 at.% B mit schematischer Darstellung der Phasen und Kristallstrukturen. Die durchgezogenen Linien wurden mittels DSC-Messungen und Wärmebehandlungen verifiziert. Die vertikale, blaue Linie zeigt die Zusammensetzung der in dieser Arbeit verwendeten TNM-Legierung

Die bei der jeweiligen Temperatur auftretenden Phasenanteile für eine Ti-43.3Al-4.3Nb-1.2Mo-0.1B-Legierung können dem Phasenfraktionsdiagramm aus Abb. 2.7 entnommen werden.

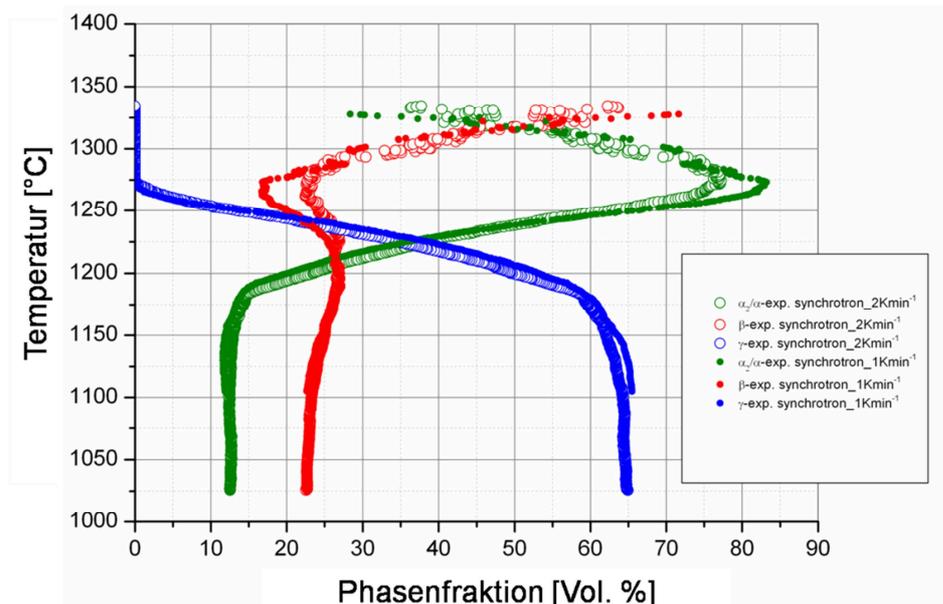


Abb. 2.7: Phasenfraktionsdiagramm für eine Ti-43.3Al-4.3Nb-1.2Mo-0.1B Legierung für zwei verschiedene Aufheizraten (1 K/min und 2 K/min) nach [23]

3 Probenmaterial und experimentelle Methoden

3.1 Probenmaterial

3.1.1 Heißisostatisch gepresste TNB-V5-Proben

Die heißisostatisch gepressten TNB-V5-Proben (in weiterer Folge HIP-TNB-V5 genannt) wurden von der Robert Bosch GmbH, Stuttgart, Deutschland, aus einem TNB-V5-Pulver eines nicht genannten Produzenten, dessen chemische Zusammensetzung Tab. 3.1 entnommen werden kann, hergestellt. Zur Abschätzung der Partikelgrößenverteilung sind in Tab. 3.1 die Werte d_{10} , d_{50} und d_{90} angegeben, also jene Partikelgrößen, die von 10 m.%, 50 m.% bzw. 90 m.% des Pulvers unterschritten werden.

Tab. 3.1: Zusammensetzung und Partikelgrößen des TNB-V5-Pulvers

chemische Zusammensetzung [at.%]						Partikelgrößen [μm]		
Ti	Al	Nb	B	O	C	d_{10}	d_{50}	d_{90}
Bal.	44,85	4,98	0,191	0,306	0,175	13,99	28,95	50,52

Das Pulver wurde in Kapseln aus Titan gefüllt, welche anschließend evakuiert und versiegelt wurden. Die gefüllten Kapseln wurden unter Argon Schutzgasatmosphäre für 2 Stunden bei 1250 °C mit einem Druck von 200 MPa beaufschlagt. Die genaue Prozessführung ist in Abb. 3.1 schematisch dargestellt.

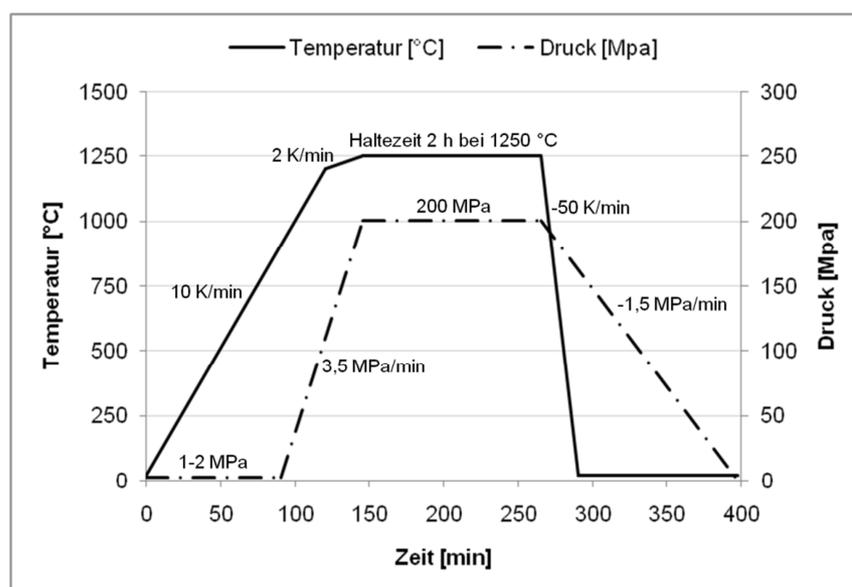


Abb. 3.1: Schematische Darstellung der Prozessführung zur Herstellung der HIP-TNB-V5-Proben

3.1.2 Metallpulvergespritzte TNB-V5-Proben

Um eine gute Vergleichbarkeit zu ermöglichen, wurden von der Robert Bosch GmbH die MIM-Proben, die in weiterer Folge als MIM-TNB-V5 bezeichnet werden, aus demselben Pulver wie die HIP-TNB-V5-Proben hergestellt. Alle bekannten Eigenschaften des Pulvers können daher wieder Tab. 3.1 entnommen werden.

Das Metallpulver wurde mit einem unbekanntem Binder vermengt, in die gewünschte Form gebracht und anschließend unter Argon-Schutzgasatmosphäre 2 Stunden bei 1475 °C gesintert. Die genaue Temperaturführung (in weiterer Folge MIM-Sinterprofil genannt) kann Abb. 3.2 entnommen werden.

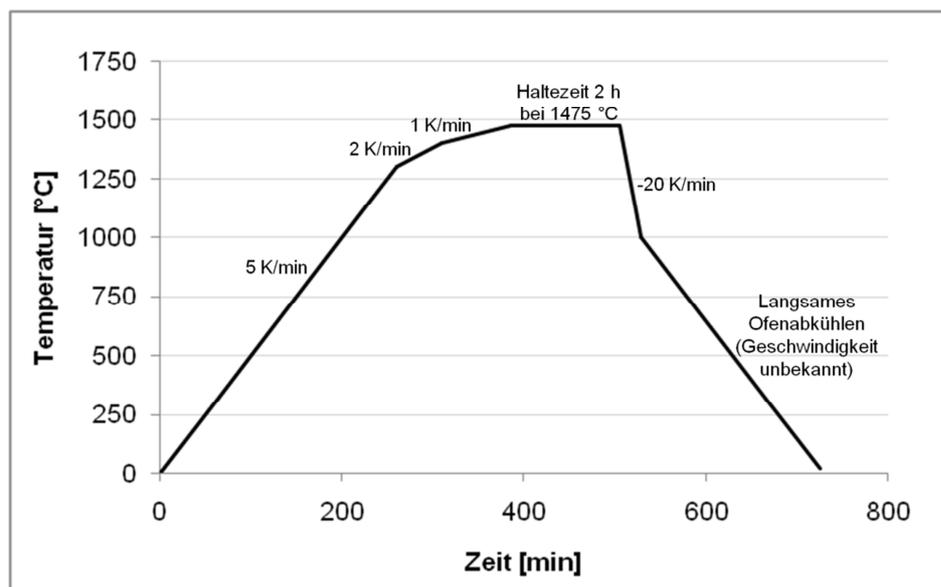


Abb. 3.2: Schematische Darstellung der Temperaturführung zur Herstellung der MIM-TNB-V5-Proben

3.1.3 TNM homogenisiert

Um die in den Kapiteln 3.1.1 und 3.1.2 beschriebenen, pulvermetallurgisch hergestellten Proben mit schmelzmetallurgischen TiAl-Proben vergleichen zu können, wurde eine TNM Legierung herangezogen. Diese Legierung wurde von der GfE Metalle und Materialien GmbH, Nürnberg, Deutschland, nach dem VAR Skull Melter and Centrifugal Casting-Verfahren hergestellt. Dabei wurde ein durch Vakuum-Lichtbogenumschmelzen zweimal umgeschmolzener Metallblock im Skull-Melter aufgeschmolzen und mittels Schleuderguss abgegossen. Durch das zweimalige Umschmelzen lassen sich besonders niedrige Gehalte der interstitiellen Elemente Sauerstoff, Stickstoff und Wasserstoff realisieren.

Die genaue chemische Zusammensetzung der wichtigsten Legierungselemente kann Tab. 3.2 entnommen werden. Um die beim Gussprozess auftretende Mikroporosität zu schließen, wurde anschließend heißisostatisch gepresst.

Tab. 3.2: Chemische Zusammensetzung der nominellen TNM-Legierung und der Charge 105371 laut Analyse von GfE Metalle und Materialien GmbH

Element	chemische Zusammensetzung [at.%]	
	nominell	Charge 105371
Ti	Bal.	Bal.
Al	43,5	43,4
Nb	4	4,3
Mo	1	1,2
B	0,1	0,1

Damit ein mit einer pulvermetallurgischen Legierung vergleichbarer Gefügestand erreicht werden konnte, wurde das Material anschließend von der Böhler Schmiedetechnik GmbH & Co KG, Kapfenberg, Österreich, geschmiedet. Dadurch konnte eine sehr feine, globulare Mikrostruktur eingestellt werden, welche dem HIP-TNB-V5-Gefüge sehr ähnlich ist. Um ein chemisch möglichst gleichmäßiges Material zu erhalten, wurde abschließend eine Homogenisierungswärmebehandlung durchgeführt. Die Prozessparameter für das Schmieden und Wärmebehandeln können dabei Referenz [24] entnommen werden. In weiterer Folge wird diese Variante kurz als TNM bezeichnet.

3.2 Probenpräparation

Die für die experimentellen Untersuchungen verwendeten Proben wurden, wenn nicht anders erwähnt, folgendermaßen präpariert: Das Material wurde nass mittels Siliziumkarbid-Schleifpapier mit den Körnungen 320, 500, 800, 1200, 2400 und abschließend 4000 per Hand auf einem Nassschleifgerät vom Typ Tegrapol-31 der Firma Struers, Deutschland, geschliffen. Anschließend wurden die Proben mit einem Elektropoliergerät vom Typ LectroPol-5 mit dem Elektrolyten A3, beides Firma Struers, elektrolytisch poliert. Als Spannung wurden 36 V, als Flussrate 11, als Temperatur 18 °C und als Polierdauer 25 s gewählt. Um die Reliefbildung an der Oberfläche zu verringern, wurden die Proben kurz vor dem elektrolytischen Polieren unter Leitungswasser gekühlt. Alle Proben, die Prozesstemperaturen von 1500 °C und darüber ausgesetzt waren, wurden statt elektrolytischen Polierens per Hand mit Hilfe der chemo-mechanischen Oxidpoliersuspension vom Typ OP-S, der Firma Struers, poliert.

3.3 Wärmebehandlungen

Sämtliche Wärmebehandlungen, die einem MIM-Sinterprofil entsprechen, wurden von der Robert Bosch GmbH unter Argon-Schutzgasatmosphäre durchgeführt. Für alle weiteren, in Leoben durchgeführten, Wärmebehandlungen (unter Luftatmosphäre) diente ein Hochtemperatur-Kammerofen vom Typ RHF 1600 der Firma Carbolite, Großbritannien.

3.4 Lichtmikroskopische Untersuchungen

Die lichtmikroskopischen Untersuchungen wurden an einem Axio Imager M1m der Firma Zeiss, im Hellfeldmodus durchgeführt. Zur besseren Kontrastierung wurde zusätzlich zu der in Kapitel 3.2 beschriebenen Präparation eine Farbätzung nach Ence und Margolin [25] aufgebracht. Die Farbätzung wurde mit dem entsprechenden Ätzmittel an einem Elektropoliergerät der Firma Struers mit Spannung 39 V, Flussrate 11, Temperatur 22 °C und Polierdauer 10 s durchgeführt. Proben, bei denen die Randzone von besonderem Interesse war, wurden vor der in Kapitel 3.2 beschriebenen Präparation mit einer CitoPress-20 Einbettpresse in Polyfast Kunstharz, beides Firma Struers, leitend eingebettet.

3.5 Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen

Um die jeweilige Mikrostruktur der Proben analysieren zu können, wurden Gefügebilder mit einem **Rasterelektronenmikroskop** (REM) vom Typ Evo50 der Firma Zeiss, Deutschland, aufgenommen. Sämtliche Aufnahmen wurden im Rückstreuелеktronenmodus (engl.: **Back-Scattered Electrons**, BSE) mit einer Beschleunigungsspannung von 15 kV erstellt, wobei eine LaB₆ Kathode als Elektronenquelle verwendet wurde. Um Kontrast und Schärfe nachträglich zu verbessern, wurden die Gefügebilder, wie in [25] näher beschrieben, mit Hilfe der Software Adobe Photoshop 7.0 der Firma Adobe Systems, USA, nachbearbeitet. Bei der quantitativen Gefügeanalyse kam die Software AnalySIS der Firma Olympus, Japan, zum Einsatz.

Zur Bestimmung der chemischen Zusammensetzung einzelner Gefügebestandteile wurde Energiedispersive Röntgenspektroskopie (engl.: **Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy**, EDX) eingesetzt. Dazu ist das REM mit einer EDX-Einheit vom Typ INCA Dry Cool der Firma Oxford Instruments, Großbritannien, versehen.

3.6 Untersuchungen mittels Rückstreuelektronenbeugung

Rückstreuelektronenbeugung (engl.: **E**lectron **B**ack-**S**cattered **D**iffraction, EBSD) wurde eingesetzt um einzelne Phasen ortsspezifisch detektieren und darstellen zu können, wodurch Orientierungskontrast von tatsächlichem Phasenkontrast unterschieden werden kann.

Der Gefügestand HIP-TNB-V5 wurde auf einem Focused-Ion-Beam-Gerät vom Typ Versa 3D DualBeam der Firma FEI, USA, untersucht, welches mit einem EDAX Wikari XP EBSD-System ausgestattet ist. Eine geeignete Stelle an der Probenoberfläche wurde im BSE-Modus abgebildet. An dieser Stelle wurde in einem $100 \times 100 \mu\text{m}^2$ großen Bereich die EBSD-Messung durchgeführt. Für die Aufnahme diente das Programm EDAX OIM Data Collection 7 und für die Auswertung das Programm EDAX OIM Analysis 7, mit dessen Hilfe eine inverse Polfigur und ein orts aufgelöstes Bild der einzelnen Phasen erstellt wurde.

Der in Kapitel 4.2.2 dargestellte Gefügestand wurde an einem REM vom Typ Evo50 der Firma Zeiss analysiert. Bei der EBSD-Untersuchung kam die Software INCA Crystal der Firma Oxford Instruments zum Einsatz.

3.7 Röntgendiffraktometrische Untersuchungen

Die Röntgenbeugungsuntersuchungen (engl.: **X-Ray** **D**iffraction, XRD) wurden auf einem Röntgendiffraktometer vom Typ D8 Advance der Firma Bruker AXS, USA, unter Bragg-Brentano-Geometrie durchgeführt. Die verwendete $\text{Cu-K}\alpha$ -Strahlung hat eine Wellenlänge von $1,542 \text{ \AA}$. Als Spannung wurde 40 kV und als Stromstärke 40 mA gewählt. Der gemessene Winkelbereich 2θ erstreckte sich von 11° bis 82° . Es wurde mit einer Schrittweite von $0,02^\circ$ bei einer jeweiligen Messzeit von 2,5 s gemessen.

Aus den erhaltenen Diffraktogrammen können mittels Rietveld-Analyse die Anteile der einzelnen Phasen bestimmt werden [26, 27]. Dazu wurde die Software Topas von Bruker AXS herangezogen, deren Ergebnisse von m.% zur besseren Vergleichbarkeit mit den Gefügaufnahmen in Volumenprozent (Vol.%) umgerechnet wurden.

3.8 Härtemessungen

Die Härtemessungen nach Vickers mit einer Prüfkraft von 98,1 N (HV 10) wurden an einer Universalhärteprüfmaschine des Typs M4C 025 G3M der Firma Emco-Test, Österreich, durchgeführt und direkt an diesem Gerät ausgewertet.

Die Kleinkraft-Härteprüfungen nach Vickers mit einer Prüfkraft von 2,94 N (HV 0,3) wurden am Härtemessgerät Zwick 3212 der Firma Zwick Prüfmaschinen GmbH & Co

KG, Deutschland, durchgeführt. Die bei den HV 0,3 Messungen eingebrachten Härteeindrücke wurden auf einem Lichtmikroskop des Typs Axio Imager M1m mit Hilfe der Software AxioVision, beides Firma Zeiss, vermessen und der jeweilige Härtewert aus dem Mittel der beiden Längen der Diagonalen errechnet.

Für beide Härtemessverfahren wurden die Härtewerte mit zugehöriger Standardabweichung aus mindestens fünf zentrumsnahen Einzelmessungen mit einer Prüfzeit von je 15 s ermittelt.

3.9 Transmissionselektronenmikroskopische

Untersuchungen

Für ein besseres Verständnis der Mikrostruktur eines MIM-Turboladerlaufrades wurden am Erich Schmid Institut, Leoben, Österreich, an einem **Transmissionselektronenmikroskop** (TEM) vom Typ CM 12 der Marke Philips, Niederlande, zwei auf unterschiedliche Art präparierte Proben durchleuchtet. Als Basis diente dabei ein Teil eines fertigen MIM-Turboladerlaufrades, aus dem zwei Proben entnommen und daraus Plättchen mit einem Durchmesser von ca. 3 mm und einer Dicke von ca. 100 µm geschliffen wurden. Eine Probe wurde mittels **Precision Ion Polishing System** (PIPS), die andere durch elektrolytisches Polieren so weit gedünnt, bis ein kleines Loch entstand. In unmittelbarer Nähe zu diesem Loch lassen sich bei gelungener Präparation Bereiche finden, die dünn genug sind, um von einer für ein verwertbares Bild ausreichenden Anzahl an Elektronen durchstrahlt werden zu können. Die Proben wurden im Hellfeldmodus abgebildet, wobei eine Spannung von 120 kV gewählt wurde.

3.10 Dynamische Differenzkalorimetrie Messungen

Dynamische Differenzkalorimetrie (engl.: **Differential Scanning Calorimetry**, DSC) wurde an einem Gerät vom Typ SETSYS-evolution der Firma Setaram Instrumentation, Frankreich, durchgeführt. Ausgehend vom jeweiligen Ausgangsmaterial wurden mit einer Accutom-5 Trennmaschine mit einer Diamantscheibe vom Typ B0D13, beides Firma Struers, ca. 500 µm dicke Plättchen abgeschnitten. Aus diesen Plättchen wurden anschließend per Hand mittels Siliziumkarbid-Schleifpapier der Körnung 1200 auf einem Nassschleifgerät vom Typ Tegrapol-31 der Firma Struers Proben mit einem Durchmesser von 3,4 mm präpariert, um genau in die dafür vorgesehenen, maximal 100 µl fassenden Al₂O₃ Tiegel zu passen. Die Höhe dieser Plättchen wurde auf ca. 400 µm reduziert, um ein Gewicht von 20 mg nicht zu überschreiten. Die Tiegel wurden mit den entsprechenden Deckeln versehen und in das DSC-Gerät zusammen mit einer

Referenzprobe aus Platin eingebaut. Als Höchsttemperatur wurden 1520 °C und als Aufheiz- bzw. Abkühlrate 20 K/min gewählt. Aus den ermittelten Daten wurden anschließend Diagramme erstellt, welche nach der in [11] näher beschriebenen Vorgehensweise analysiert wurden.

3.11 Berechnung eines Phasendiagramms

Ausgehend von der Zusammensetzung einer TNB-V5-Legierung wurden mit Hilfe der Software Thermo-Calc [28] Phasendiagramme berechnet. Alle für die Berechnung notwendigen Informationen stammen aus der Datenbank nach Saunders [29]. Die Eingabewerte für die chemische Zusammensetzung wurden Tabelle 3.1 entnommen. Der Kohlenstoffgehalt konnte ob seines Fehlens in der Datenbank nicht berücksichtigt werden. Um mögliche Auswirkungen von Sauerstoff auf das Phasendiagramm aufzeigen zu können, wurden Phasendiagramme für drei unterschiedliche Sauerstoffkonzentrationen berechnet.

4 Ergebnisse und Diskussion

4.1 Grundcharakterisierung der Proben

Um einen genauen Eindruck vom verwendeten Probenmaterial zu bekommen, ist die Kenntnis der Mikrostruktur in Hinblick auf das Verständnis weiterführender Versuche unerlässlich. Für eine bessere Vergleichbarkeit der unterschiedlichen Legierungsvarianten wurde im Rahmen der Grundcharakterisierung sowohl mit der TNM-Legierungsvariante als auch mit der HIP-TNB-V5 das MIM-Sinterprofil (Abb. 3.2) nachgefahren. Die auftretenden Phasen bzw. deren Anteile, die Härte des Gefüges und der Anteil an Nebenelementen waren hierbei von Interesse und sind abschließend in diesem Kapitel (Tab. 4.1) zusammengefasst.

4.1.1 HIP-TNB-V5

Dem Phasendiagramm aus Abb. 2.3 zu Folge ist beim HIP-TNB-V5-Gefügestand bei Raumtemperatur mit einer zweiphasigen Mikrostruktur, bestehend aus α_2 - und γ -Phase, zu rechnen. Die BSE-Aufnahme in Abb. 4.1 (a) zeigt neben der hellen α_2 -Phase noch größere, dunklere Bereiche mit verschiedenen Graustufen, weshalb das Vorhandensein einer weiteren Phase neben α_2 und γ nicht ausgeschlossen werden kann. Die orts aufgelöste Darstellung der Phasen in Abb. 4.1 (b), die aus den Ergebnissen der EBSD-Messung gewonnen wurde, zeigt jedoch, dass das Gefüge ausschließlich aus diesen beiden Phasen besteht. Aus der inversen Polfigur in Abb. 4.1 (c), die ebenfalls aus den Ergebnissen der EBSD-Messung erstellt werden konnte, ist ersichtlich, dass der im BSE-Bild erkennbare Kontrast innerhalb der dunkleren Phase ausschließlich auf unterschiedliche Orientierungen innerhalb der γ -Phase zurückzuführen ist.

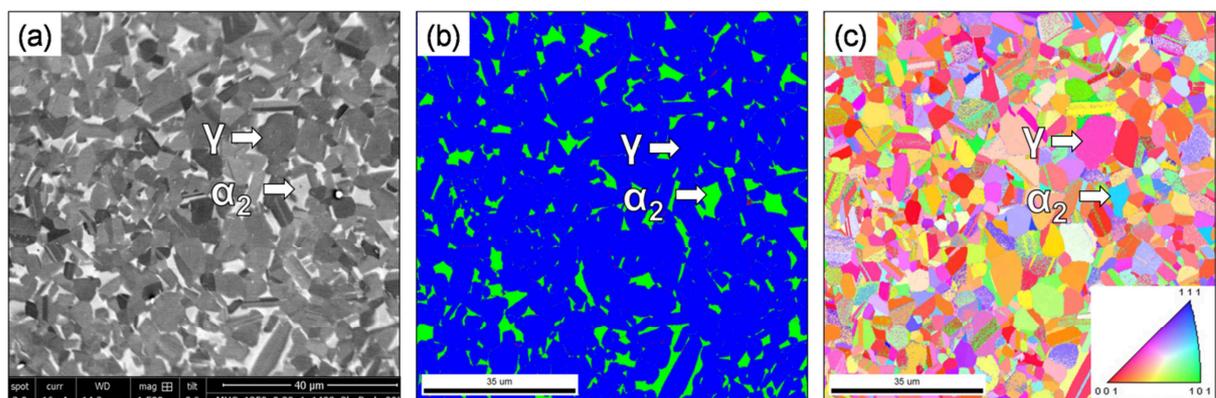


Abb. 4.1: Mikrostruktur der HIP-TNB-V5-Legierung: (a) BSE-Aufnahme, (b) orts aufgelöstes Bild der einzelnen Phasen und (c) inverse Polfigur

Die HIP-TNB-V5-Legierung verfügt über eine sehr feine Mikrostruktur mit Korngrößen im Bereich von 5 - 10 μm , bestehend aus α_2 - und γ -Phase, deren Phasenanteile, laut XRD-Messungen, 20 Vol.% (α_2) und 80 Vol.% (γ) betragen. Es wurde eine Härte von 357 ± 1 HV 10 bzw. 364 ± 19 HV 0,3 gemessen.

4.1.2 MIM-TNB-V5

Die Mikrostruktur der MIM-TNB-V5-Legierung ist in Abb. 4.2 ersichtlich. Das Gefüge besteht aus α_2/γ -Kolonien, deren Größen im Bereich von 50 - 100 μm liegen. Betrachtet man das Phasendiagramm aus Abb. 2.3 und die schematische Darstellung des MIM-Sinterprofils aus Abb. 3.2, wird sichtbar, dass sich das Material sehr lange im α -Einphasenfeld befindet. Durch das Fehlen einer zweiten Phase können die α -Körner relativ ungehindert wachsen, wodurch das deutlich größere Gefüge der MIM-TNB-V5 gegenüber der HIP-TNB-V5 (siehe Kapitel 4.1.1) bei gleichem Ausgangsmaterial erklärt werden kann. Bei weiterem Abkühlen scheiden sich aus den vergrößerten α -Körnern schließlich γ -Lamellen aus.

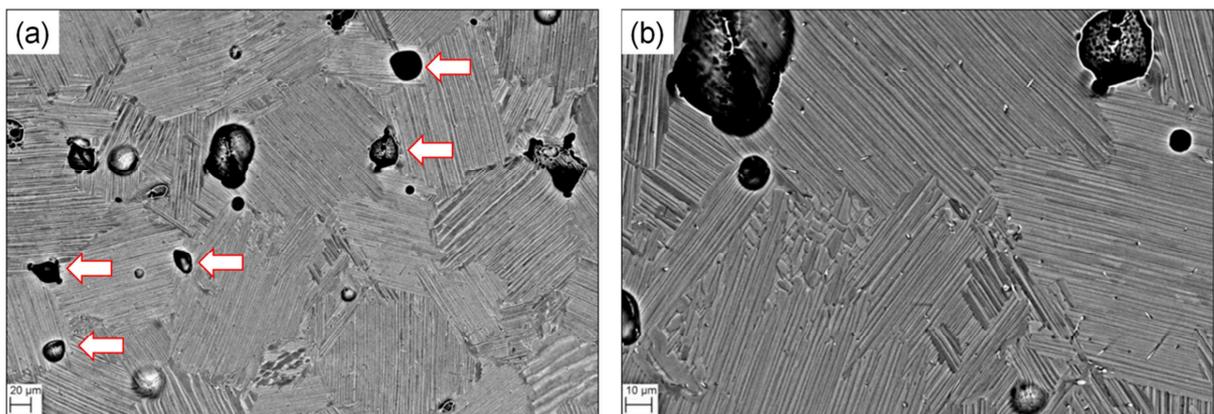


Abb. 4.2: REM-Aufnahmen der MIM-TNB-V5-Legierung mit (a) 200-facher und (b) 500-facher Vergrößerung. Die Pfeile zeigen beispielhaft an den Korngrenzen liegende Sinterporen

Dass sich die Sinterporen, wie Abb. 4.2 zeigt, bevorzugt an den Korngrenzen befinden, könnte darauf hindeuten, dass Poren die Korngrenzen pinnen und damit einer noch stärkeren Vergrößerung entgegenwirken. Es ist jedoch zu beachten, dass die in den Gefügebildern dargestellten Poren durch das elektrolytische Polieren aufgeweitet wurden (Abb. 4.3 zeigt im Vergleich eine nicht elektrolytisch polierte (a) mit einer elektrolytisch polierten und farbgeätzten Probe (b), deren Poren größer erscheinen). Inwieweit auch die vorhandenen Boride das Kornwachstum beeinflussen, wurde im Rahmen dieser Arbeit nicht untersucht.

Mittels XRD-Messungen konnte der α_2 -Phasenanteil auf 25 Vol.% und der γ -Phasenanteil auf 75 Vol.% bestimmt werden. Es wurde eine Härte von 325 ± 19 HV 10 bzw. 378 ± 24 HV 0,3 gemessen. Der große Unterschied dieser

beiden Werte könnte auf die Porosität zurückzuführen sein: Aufgrund der Größe eines HV 10 Härteeindrucks ist davon auszugehen, dass sich darunter einige Poren befinden, die komprimiert werden können. Der Eindringkörper der Härteprüfmaschine kann bei derselben Kraft dementsprechend tiefer in das Material eindringen, wodurch ein größerer Eindruck entsteht und eine insgesamt geringere Härte suggeriert wird. Die Werte der HV 0,3 Kleinlasthärtemessungen sind deutlich höher, weshalb dieser Effekt nicht bzw. nicht so stark in Erscheinung treten dürfte. Aufgrund der sehr kleinen Eindrücke und der sehr hohen Standardabweichung ist jedoch nicht davon auszugehen, dass durch die HV 0,3 Messungen tatsächlich eine repräsentative Gefügehärtung ermittelt werden konnte.

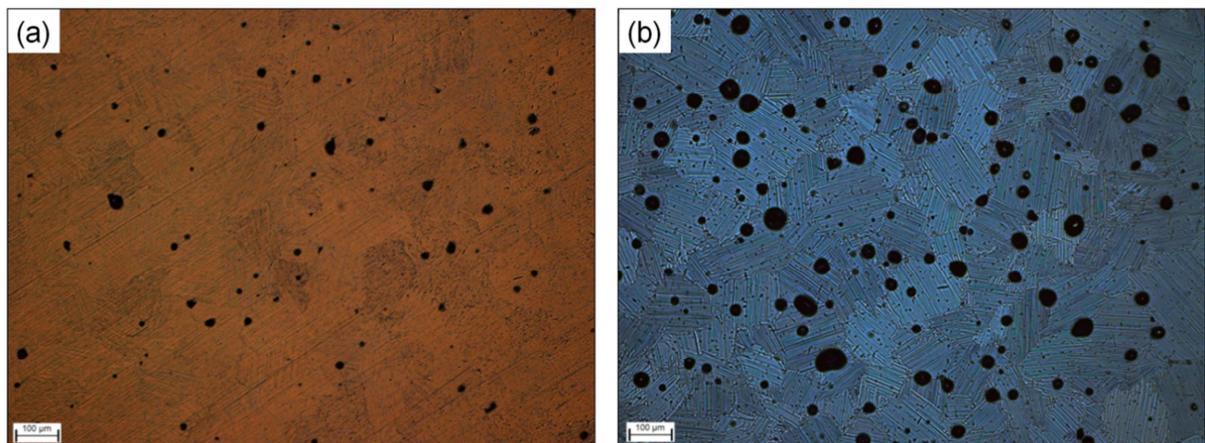


Abb. 4.3: Lichtmikroskopische Aufnahmen der MIM-TNB-V5-Legierung mit 100-facher Vergrößerung: (a) vor und (b) nach elektrolytischem Polieren und Farbätzen

4.1.3 HIP-TNB-V5 nach MIM-Sinterprofil

Wird die HIP-TNB-V5 Legierung dem MIM-Sinterprofil ausgesetzt, stellt sich das in Abb. 4.4 ersichtliche, aus α_2/γ -Kolonien bestehende Gefüge ein, welches dem der MIM-TNB-V5-Proben sehr ähnlich ist. Die einzelnen Kolonien sind jedoch größer, wodurch die Vermutung, dass die Poren der MIM-TNB-V5 die Korngrenzen pinnen und einer Vergrößerung entgegenwirken, unterstützt wird.

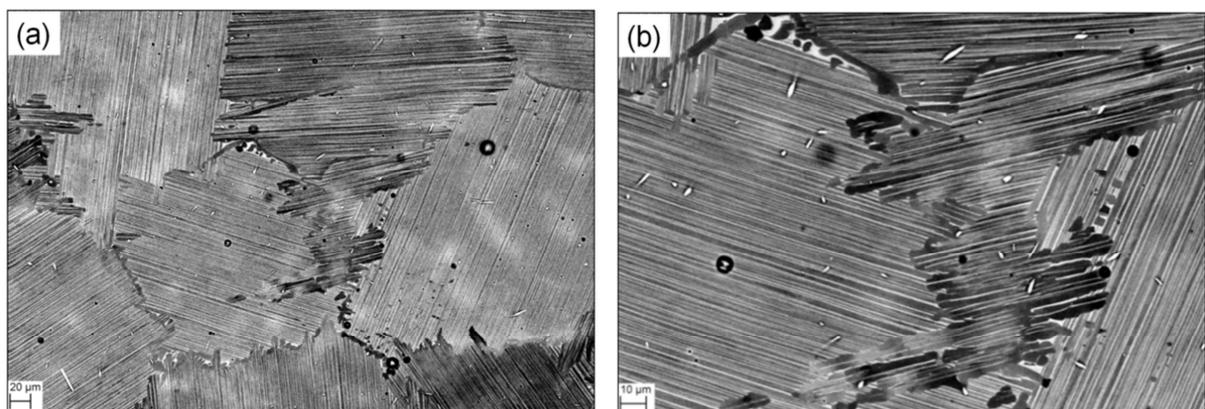


Abb. 4.4: REM-Aufnahmen der HIP-TNB-V5-Legierung nach MIM-Sinterprofil mit (a) 200-facher und (b) 500-facher Vergrößerung

Die XRD-Untersuchungen ergaben einen α_2 -Phasenanteil von 20 Vol.% und einen γ -Phasenanteil von 80 Vol.%. Des Weiteren wurden mit 326 ± 1 HV 10 bzw. 340 ± 15 HV 0,3 deutlich niedrigere Härtewerte als beim HIP-TNB-V5 Grundzustand ermittelt, was auf eine geringere Festigkeit einer lamellaren Mikrostruktur im Vergleich zu einem globularen Gefüge hindeutet.

4.1.4 TNM feinkörnig geschmiedet

Entsprechend Phasendiagramm (Abb. 2.6) und Phasenfraktionsdiagramm (Abb. 2.7) besteht die TNM-Legierung bei Raumtemperatur aus den drei Phasen α_2 , β_0 und γ . Die in Abb. 4.5 dargestellten REM-Aufnahmen zeigen, dass durch Schmieden und Homogenisieren ein sehr feines Gefüge erreicht werden konnte.

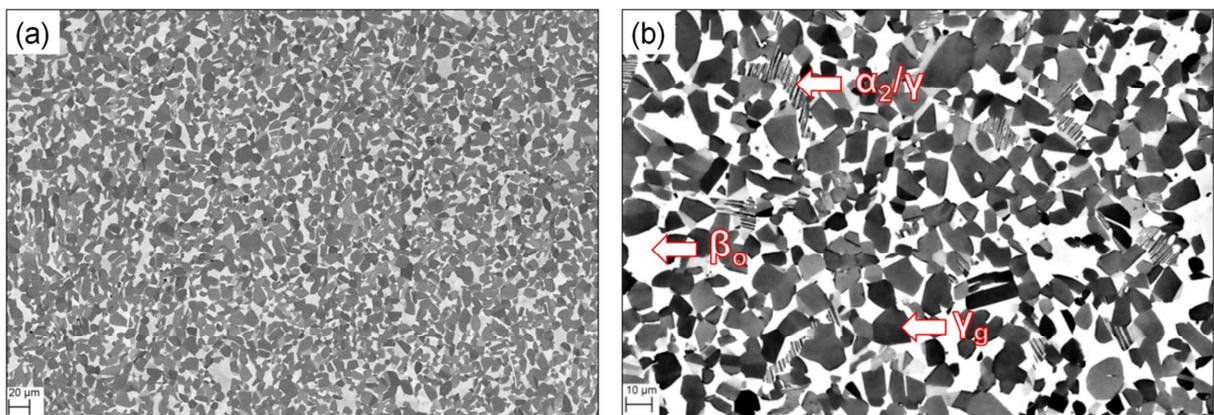


Abb. 4.5: REM-Aufnahmen der TNM-Legierung mit (a) 200-facher und (b) 500-facher Vergrößerung

Laut XRD-Messungen besteht das Gefüge aus 8 Vol.% α_2 -, 26 Vol.% β_0 - und 66 Vol.% γ -Phase. Der mengenmäßig größte Anteil der γ -Phase liegt in Form rundlicher Körner vor und wird als globulares γ (γ_g) bezeichnet. Der restliche Anteil an γ -Phase befindet sich im Bereich der α_2/γ -Lamellen. Insgesamt handelt es sich also um ein sehr feines Gefüge, welches nur geringfügig gröber als der HIP-TNB-V5-Gefügestand ist und damit eine gute Vergleichsmöglichkeit darstellt. Die Härtemessungen ergaben Werte von 357 ± 3 HV 10 bzw. 362 ± 16 HV 0,3, welche jener der HIP-TNB-V5 ebenfalls sehr ähnlich sind.

4.1.5 TNM nach MIM-Sinterprofil

Abbildung 4.6 zeigt die Auswirkungen des MIM-Sinterprofils auf die TNM-Legierung. Ähnlich der MIM-TNB-V5 und der HIP-TNB-V5 nach dem MIM-Sinterprofil entstehen auch bei dieser Legierung große α_2/γ -Kolonien. Das Gefüge besteht insgesamt aus 24 Vol.% α_2 -Phase und 67 Vol.% γ -Phase, wovon ein Teil als γ_g an den Korngrenzen vorliegt. Die übrigen 9 Vol.% lassen sich der β_0 Phase zuordnen, welche sich wie in

Abb. 4.6 ersichtlich zwischen den α_2/γ Kolonien ausgebildet. Es wurde eine Härte von 356 ± 3 HV 10 bzw. 366 ± 24 HV 0,3 gemessen.

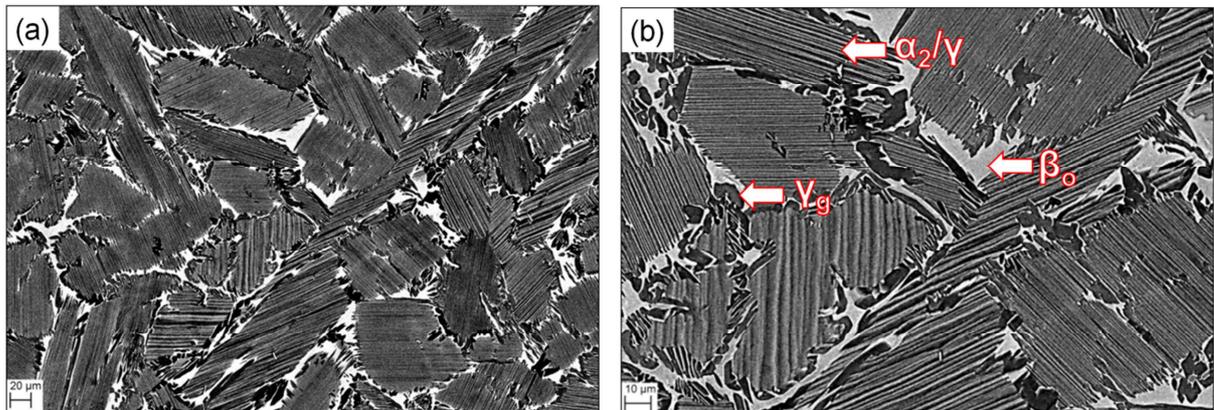


Abb. 4.6: REM-Aufnahmen der TNM-Legierung nach Durchlauf des MIM-Sinterprofils mit (a) 200-facher und (b) 500-facher Vergrößerung

Anhand der TNM-Legierung wurde überprüft, ob das MIM-Sinterprofil eine besondere Auswirkung auf das Gefüge am Rand der Proben hat. Aufgrund der hohen Temperatur und der langen Haltezeit besteht die Möglichkeit, dass Aluminium aus der Randzone abdampft und sich ein sogenanntes α -case im Bereich der Randzone bildet. Die in Abb. 4.7 dargestellten lichtmikroskopischen Aufnahmen zeigen jedoch, dass sich die Mikrostruktur am Rand der Proben in keiner Weise von der jener in der Mitte der Proben unterscheidet, was auf eine gute Wahl der Ofenatmosphäre (Argon-Schutzgas) zurückzuführen ist.

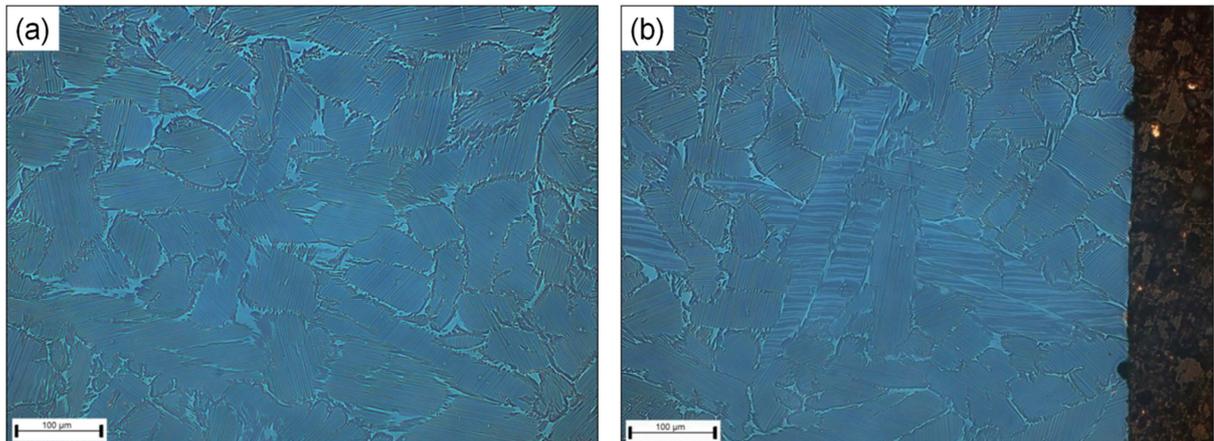


Abb. 4.7: Lichtmikroskopische-Aufnahmen der TNM-Legierung nach MIM-Sinterprofil mit 200-facher Vergrößerung: (a) Mitte und (b) Randzone

4.1.6 Übersicht und Vergleich: Grundcharakterisierung

In Tabelle 4.1 sind die Ergebnisse der Grundcharakterisierung zusammengefasst. Die Anteile der Nebenelemente der TNB-V5-Legierungen wurden von der Robert Bosch GmbH, die Anteile der Nebenelemente der TNM-Legierung von der GfE Metalle und Materialien GmbH analysiert. Für die Varianten HIP-TNB-V5 und TNM, die das MIM-Sinterprofil durchlaufen haben, wurden keine neuen Messungen durchgeführt, da die Konzentrationen der Elemente des Grundmaterials im Zentrum der Proben gemessen wurden und sich dort auch durch das durchlaufene Temperaturprofil nicht verändern konnten. Auffällig ist, dass trotz desselben Pulvers als Ausgangsmaterial bei der MIM-TNB-V5-Probe eine deutlich höhere Konzentration der Elemente Sauerstoff, Kohlenstoff, Stickstoff und Schwefel gemessen wurde als beim HIP-TNB-V5-Gefügestand. Das geHIPte Material weist sogar einen niedrigeren Sauerstoffgehalt als das Pulver auf, was möglicherweise auf das Evakuieren der Kapseln vor dem eigentlichen HIPen zurückzuführen ist. Diese interstitiellen Verunreinigungen könnten der Grund dafür sein, dass die gemessenen HV 0,3 Werte der MIM-TNB-V5 deutlich höher sind als jene der HIP-TNB-V5 nach Durchlaufen des MIM-Sinterprofils. Die HV 10 Werte sind auf Grund des vermutlich größeren Einflusses der Poren nicht vergleichbar. Des Weiteren fällt auf, dass der α_2 -Phasenanteil der MIM-TNB-V5 höher ist als jener der HIP-TNB-V5 nach dem MIM-Sinterprofil.

Tab. 4.1: Zusammenfassung der Härtewerte, Phasenanteile und Konzentrationen der Nebenelemente O, C, N und S der im Rahmen der Grundcharakterisierung analysierten Legierungen bzw. Gefügestände

		Härte				Phasenanteile [Vol. %]			Nebenelemente				
		HV 10	s	HV 0,3	s	α_2	β_0	γ	O	C	N	S	
TNB-V5	HIP-TNB-V5	357	± 1	364	± 19	20	0	80	922	588	108	12	[m. ppm]
									2332	1980	312	20	[at. ppm]
	MIM-TNB-V5	325	± 17	378	± 24	25	0	75	2829	1041	271	240	[m. ppm]
									7122	3490	779	300	[at. ppm]
	HIP-TNB-V5 nach MIM-Sinterprofil	326	± 1	340	± 15	20	0	80	922	588	108	12	[m. ppm]
									2332	1980	312	20	[at. ppm]
TNM	TNM feinkörnig geschmiedet + homogenisiert	357	± 3	362	± 16	8	26	66	490	60	10	Keine Analyse	[m. ppm]
									1261	210	29		[at. ppm]
	TNM nach MIM-Sinterprofil	356	± 3	366	± 24	24	9	67	490	60	10		[m. ppm]
									1261	210	29	[at. ppm]	

Wie bereits in [20] gezeigt wurde, scheint Sauerstoff auch für diese Legierung den α_2 -Phasenanteil bei kontinuierlichem Abkühlen aus dem α -Einphasenfeld zu erhöhen. Nanoindenter-Messungen haben gezeigt, dass die α_2 Phase härter ist als die γ -Phase [30], wodurch ebenfalls der beobachtete Anstieg der HV 0,3 Härtewerte begründet werden kann. Bei der TNM-Legierung konnte jedoch nach Durchlaufen des MIM-Sinterprofils und einem deutlichen Anstieg des α_2 -Phasenanteils kein wesentlicher Unterschied in den Härtewerten beobachtet werden. Bei sehr langsamem Abkühlen würde man für die TNM-Legierung entsprechend dem Phasenfraktionsdiagramm aus Abb. 2.4 (b) einen deutlich niedrigeren Anteil an α_2 -Phase erwarten, wodurch gezeigt werden konnte, dass die Kinetik großen Einfluss auf die Phasenumwandlungen hat.

4.2 Wärmebehandlungen

Zur Verifizierung des in Abb. 4.8 dargestellten Phasendiagramms wurden mit den TNB-V5-Varianten bei den mit grünen Linien eingezeichneten Temperaturen Glühungen unterschiedlicher Dauer durchgeführt. Als jeweilige Referenzproben wurden Proben, hergestellt aus der in Kapitel 2.7 beschriebenen TNM-Legierung, herangezogen.

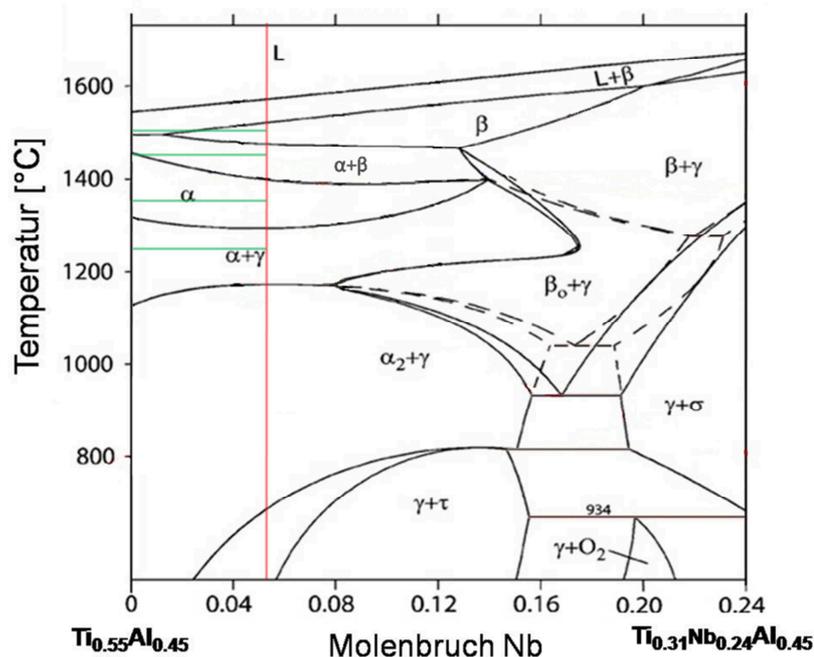


Abb. 4.8: Schnitt durch das Ti-Al-Nb Phasendiagramm für einen konstanten Al-Gehalt von 45 at.% [10, 12]. Die vertikale rote Linie zeigt die Zusammensetzung der TNB-V5-Legierung. Die horizontalen grünen Linien markieren die Temperaturen, bei denen Glühungen durchgeführt wurden.

Die Proben wurden entweder in Öl abgeschreckt (engl.: **O**il **Q**uenching, OQ), um das bei der Glühtemperatur vorliegende Gefüge einzufrieren, oder im Ofen abgekühlt (engl.: **F**urnace **C**ooling, FC), um einen gleichgewichtsnahen Zustand erreichen zu können. Die Details zu den Wärmebehandlungen sind Tab. 4.2 zu entnehmen.

Bei den Proben wurden, wenn möglich, die Phasenanteile der bekannten Phasen mittels XRD-Messungen ermittelt und unbekannte Phasen mittels EDX-Analyse untersucht. Des Weiteren wurden HV 10 Messungen durchgeführt. Auf HV 0,3 Messungen wurde aufgrund der hohen Standardabweichung und der teilweise groben Gefügebestandteile, welche im Größenbereich eines HV 0,3 Härteeindrucks liegen, verzichtet. Sämtliche Ergebnisse sind in Tab. 4.3 (Kapitel 4.2.7) zusammengefasst.

Tab. 4.2: Gewählte Parameter der durchgeführten Wärmebehandlungen

Temperatur [°C]	Phasengebiet	Dauer [min]	Abkühlmodus
1250	$\alpha+\gamma$	60	OQ
1350	α	60	OQ
1445	$\alpha+\beta$	15	OQ
1500	β	15	OQ
1500	β	15	FC
1550	L+ β	15	FC

4.2.1 1250 °C, 60 min, Ölabschreckung

In Abbildung 4.9 ist ersichtlich, dass der Anteil an heller α_2 -Phase bei der HIP-TNB-V5-Variante durch die Wärmebehandlung, im Vergleich zum Grundzustand (Abb. 4.1), zugenommen hat. Die XRD-Untersuchungen bestätigen diesen Eindruck mit Werten von 43 Vol.% α_2 - und 57 Vol.% γ -Phase. Trotz der deutlichen Zunahme an härterer α_2 -Phase [30] nahm der HV 10 Wert mit 360 ± 1 kaum zu.

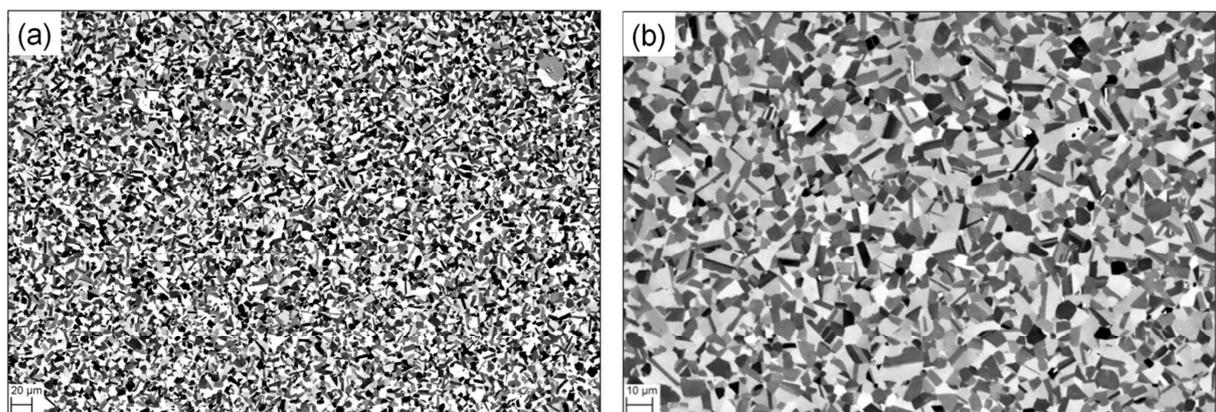


Abb. 4.9: REM-Aufnahmen der HIP-TNB-V5-Legierung nach 60 min Glühung bei 1250 °C und anschließendem OQ: (a) 200-fache und (b) 500-fache Vergrößerung

Auch bei der MIM-TNB-V5-Probe, die dieser Wärmebehandlung ausgesetzt wurde (Abb. 4.10), kam es zu einer Zunahme der α_2 -Phase, wobei mit 42 Vol.% α_2 -Phase (58 Vol.% γ) beinahe derselbe Wert wie bei der HIP-TNB-V5 gemessen wurde. Der Grund dafür könnte sein, dass sich, zumindest in diesem Temperaturbereich, die Phasengleichgewichte in Abhängigkeit des Sauerstoffgehaltes kaum verändern und Zunahmen an α_2 -Phase bei langsamerem Abkühlen auf Beeinflussung der Kinetik zurückzuführen sind. Auch Lamirand et al. [20] geht für eine Ti-48Al-2Cr-2Nb-Legierung davon aus, dass sich Sauerstoff nicht auf das Phasengleichgewicht, sondern nur auf die Umwandlungskinetik bei der $\alpha \rightarrow \gamma$ Transformation auswirkt. Bei den Härtemessungen konnte ein geringer Anstieg der Härte auf 334 ± 8 HV 10 beobachtet werden, der jedoch im Bereich der Standardabweichung liegt. Außerdem muss wieder von einem Einfluss der Sinterporen auf die Härtemessung ausgegangen werden, wodurch ein Vergleich mit der HIP-Variante nicht sinnvoll ist.

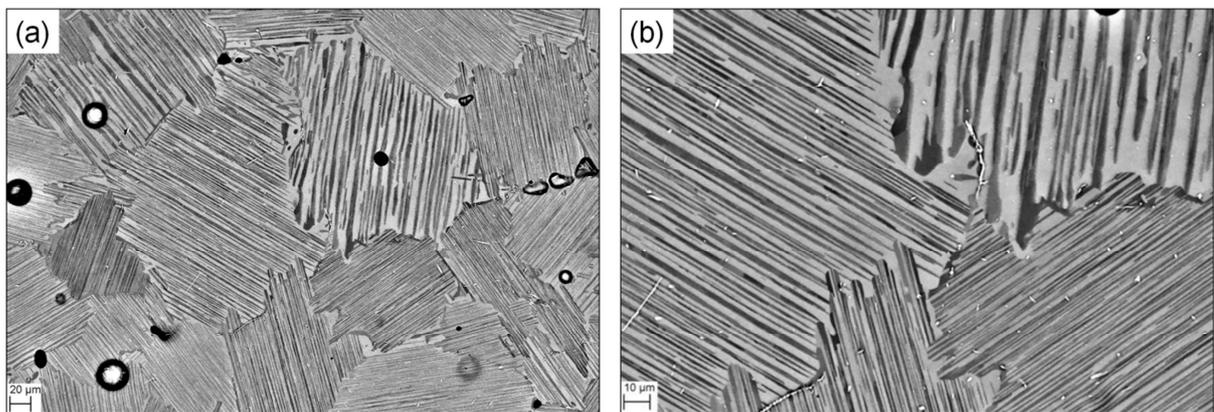


Abb. 4.10: REM-Aufnahmen der MIM-TNB-V5-Legierung nach 60 min Glühung bei 1250 °C und anschließendem OQ: (a) 200-fache und (b) 500-fache Vergrößerung

Bei der TNM-Referenzprobe wurden 76 Vol.% α_2 -, 14 Vol.% β_0 - und 10 Vol.% γ -Phase gemessen. Laut Phasenfraktionsdiagramm (Abb. 2.7) ist bei dieser Temperatur allerdings mit mehr β_0 und weniger α_2 -Phase zu rechnen. Bei Betrachtung der REM-Aufnahmen aus Abb. 4.11 ist davon auszugehen, dass bei den XRD-Messungen der Anteil an α_2 auf Kosten der β_0 -Phase überschätzt wurde. In Hinblick auf den für 1250 °C passenden Wert für die γ -Phase kann dennoch davon ausgegangen werden, dass die Temperatur bei der Wärmebehandlung richtig gemessen wurde. Mit einer Härte von 399 ± 4 HV 10 konnte ein deutlicher Härteanstieg gegenüber dem Grundmaterial beobachtet werden. Die Referenzproben für die weiteren Wärmebehandlungen sind in Anhang A ersichtlich und die Eigenschaften in Tab. 4.3 zusammengefasst.

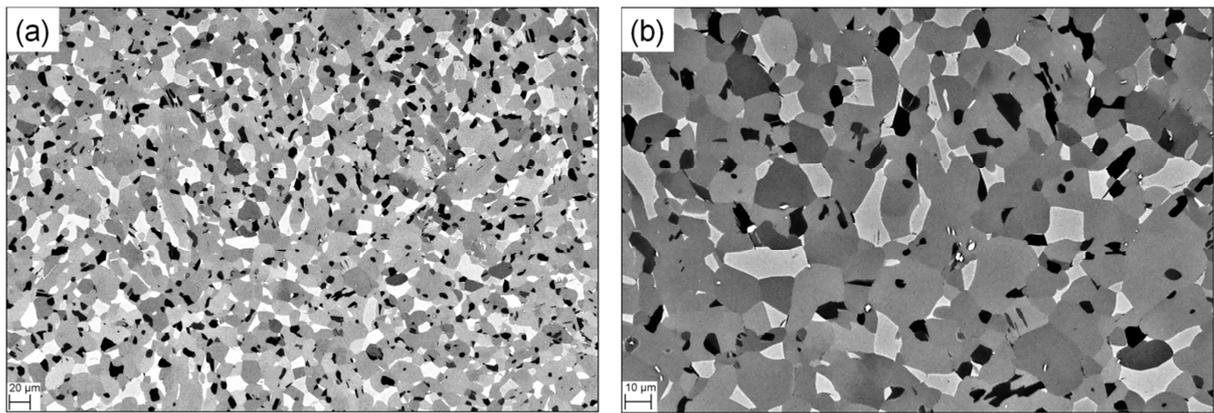


Abb. 4.11: REM-Aufnahmen der feinkörnig geschmiedeten und homogenisierten TNM-Legierung nach 60 min Glühung bei 1250 °C und anschließendem OQ: (a) 200-fache und (b) 500-fache Vergrößerung

4.2.2 1350 °C, 60 min, Ölabschreckung

Durch die Glühung im α -Einphasenfeld mit anschließend rascher Abkühlung ist von einer massiven Transformation auszugehen [31]. Dabei bilden sich aus der α -Matrix massive γ -Körner (γ_{massiv}), welche unregelmäßig und irregulär erscheinen. Die Zusammensetzung der beiden Phasen bleibt, aufgrund der durch schnelle Abkühlung stark eingeschränkten Diffusion, unverändert [12]. Bei den in Abb. 4.12 ersichtlichen REM-Bildern der HIP-TNB-V5 kann man diese massive Umwandlung deutlich erkennen, wobei ein α_2 -Phasenanteil von 45 Vol.% bei 55 Vol.% γ_{massiv} detektiert wurde. Des Weiteren kann man eine starke Vergrößerung im Vergleich zum Ausgangsgefüge feststellen, wofür das Glühen in einem Einphasenfeld und das dadurch ungehinderte Kornwachstum verantwortlich ist. Auffällig ist die hohe Härte von 429 ± 18 HV 10, wobei die hohe Standardabweichung auf die groben Gefügebestandteile im Vergleich zur Größe der Härteeindrücke zurückzuführen sein könnte. Detaillierte Information zu massiver Transformation in TiAl-Legierungen und den dahinterstehenden Mechanismen kann in [32, 33] nachgelesen werden.

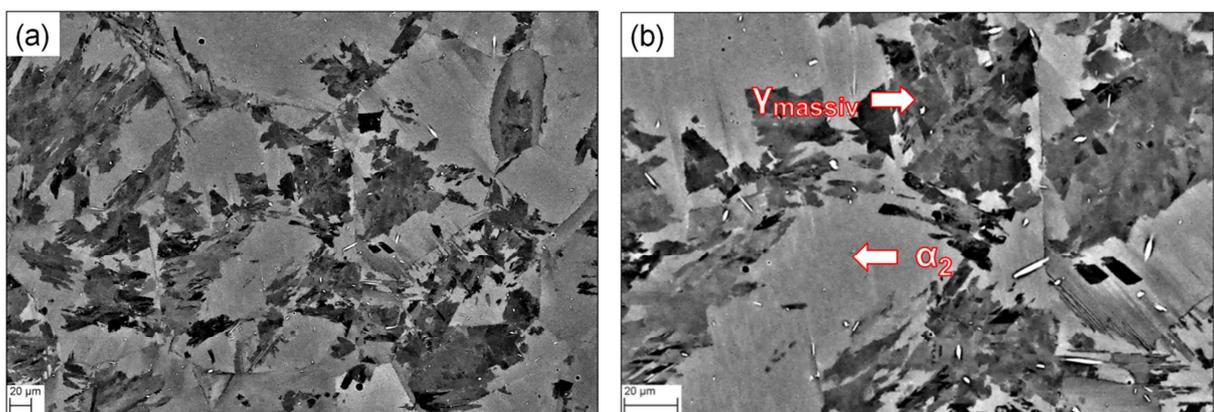


Abb. 4.12: REM-Aufnahmen der HIP-TNB-V5-Legierung nach 60 min Glühung bei 1350 °C und anschließendem OQ: (a) 200-fache und (b) 500-fache Vergrößerung

Bei der in Abb. 4.13 gezeigten MIM-TNB-V5-Variante lässt sich keine massive Transformation feststellen, was auf den höheren Gehalt an Sauerstoff zurückzuführen ist. Auch mittels XRD-Untersuchungen konnte ausschließlich α_2 -Phase, welche in Form sehr großer Körner vorliegt, nachgewiesen werden. Huang et al. [31] konnte für eine Ti-46Al-8Nb-Legierung zeigen, dass sich die massive Transformation für kleine Proben mit OQ bereits bei einem Sauerstoffgehalt von 1500 m.ppm vollständig unterdrücken lässt. Wie stark sich die massive Transformation ausbildet, hängt neben dem Sauerstoffgehalt noch von der Abkühlrate und dem Aluminiumgehalt ab, wobei ein niedrigerer Aluminiumgehalt ebenfalls zur Unterdrückung der massiven Transformation beiträgt [31]. Der gemessene Härtewert beträgt 382 ± 29 HV 10.

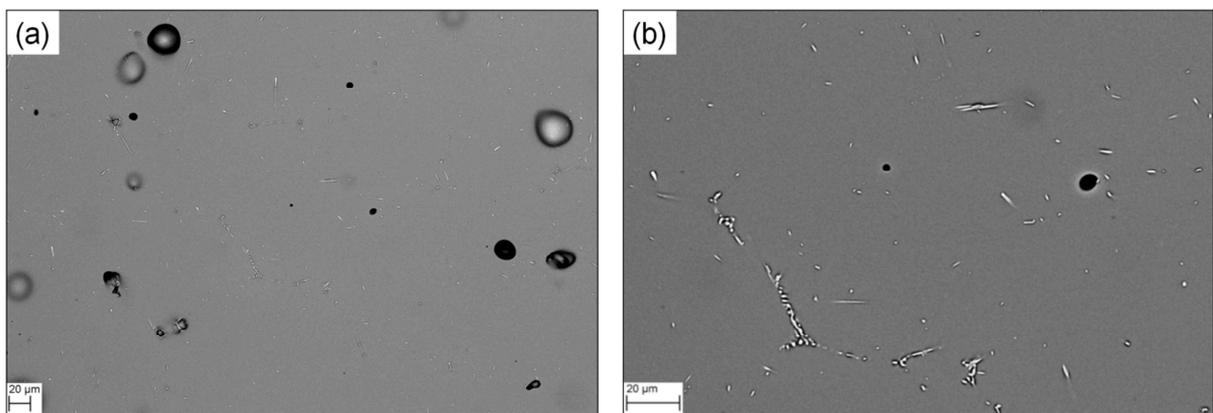


Abb. 4.13: REM-Aufnahmen der MIM-TNB-V5-Legierung nach 60 min Glühung bei 1350 °C und anschließendem OQ: (a) 200-fache und (b) 500-fache Vergrößerung

Um die γ -Phase anschließend auszuscheiden, wurde der in Abb. 4.13 ersichtliche Gefügestand einer weiteren Glühung bei 1000 °C für 60 min und anschließendem Luftabkühlen (engl.: **Air Cooling**, AC) unterzogen. Entgegen der Vermutung, dass sich lamellares γ ausscheidet, können in den REM-Aufnahmen in Abb. 4.14 nur ganze γ -Körner nachgewiesen werden, die sich sowohl im Inneren der α_2 -Körner als auch an den Korngrenzen bilden. Ob es sich dabei, wie die Ähnlichkeit mit den in Abb. 4.12 gezeigten γ_{massiv} -Körnern annehmen lässt, um eine Massivumwandlung handelt, die durch das Abschrecken im Gefüge latent gespeichert wurde und sich nun durch das Anlassen ausbildet, kann an dieser Stelle nur vermutet werden. Die in Anhang B abgebildeten EBSD-Aufnahmen dieses Gefügestandes zeigen, dass sich neben den in Abb. 4.14 ersichtlichen γ -Körnern noch erhebliche Mengen an γ -Phase in den vermeintlichen α_2 -Körnern befinden. Auch durch die sich zeitlich ändernden Orientierungen der γ -Körner (siehe Anhang B) kann deshalb davon ausgegangen werden, dass sich in diesen Bereichen sehr feine γ -Lamellen ausgeschieden haben. Eine Verifizierung mittels TEM-Analyse wurde jedoch nicht durchgeführt.

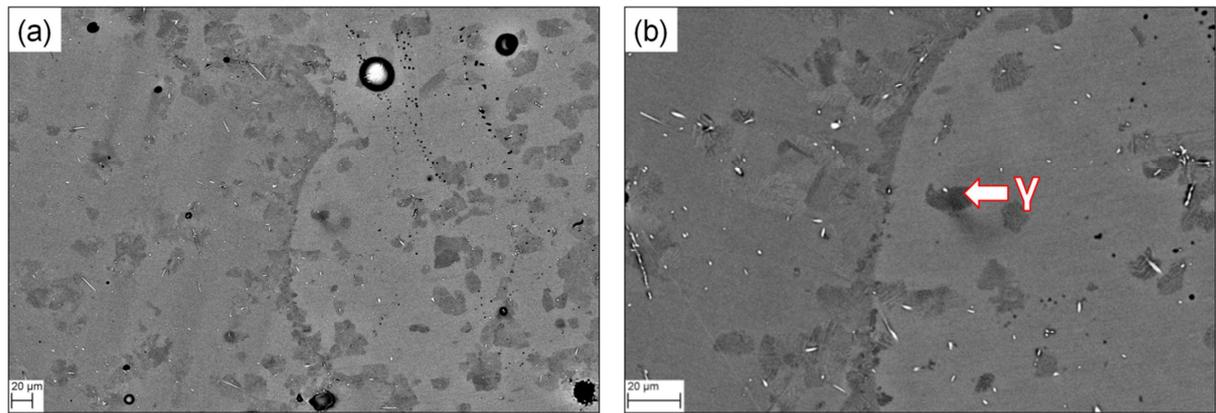


Abb. 4.14: REM-Aufnahmen der MIM-TNB-V5-Legierung nach 60 min Glühung bei 1350 °C mit OQ und anschließendem Anlassen für 60 min bei 1000 °C und AC: (a) 200-fache und (b) 500-fache Vergrößerung

4.2.3 1445 °C, 15 min, Ölabschreckung

Das Gefüge der HIP-TNB-V5-Legierung nach dieser Wärmebehandlung, welches in Abb. 4.15 dargestellt ist, ist deutlich gröber als jenes des Grundmaterials und besteht zu 35 Vol.% aus α_2 - und 65 Vol.% aus γ -Phase. Ein Vergleich mit der MIM-TNB-V5-Variante (Abb. 4.16) zeigt jedoch, dass das Gefüge dennoch vergleichsweise fein geblieben ist, weshalb auf eine Glühung in einem Mehrphasengebiet geschlossen werden kann. Bei der sehr hellen Phase an den Korngrenzen, die bei den XRD-Untersuchungen nicht aufgelöst werden konnte, könnte es sich um Reste der eigentlich bei tiefen Temperaturen nicht stabilen β -Phase handeln, weshalb davon ausgegangen wird, dass bei 1445 °C im $\alpha+\beta$ -Zweiphasengebiet gegläht wurde. Die Härtemessungen ergaben einen Wert von 442 ± 7 HV 10.

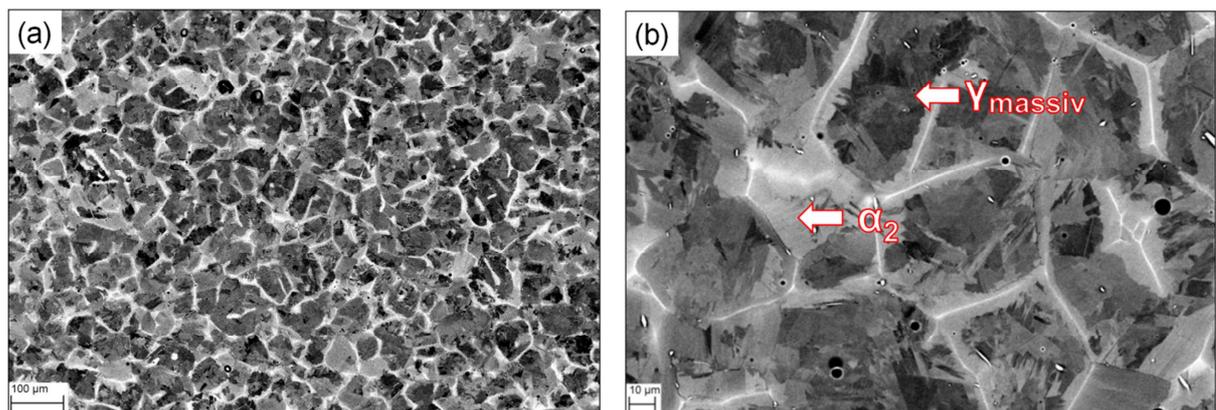


Abb. 4.15: REM-Aufnahmen der HIP-TNB-V5-Legierung nach 15 min Glühung bei 1445 °C und anschließendem OQ: (a) 100-fache und (b) 500-fache Vergrößerung

Wegen der großen α_2 -Körner der MIM-TNB-V5-Variante nach der Wärmebehandlung (Abb. 4.16) kann von einer Glühung im α -Einphasengebiet ausgegangen werden. Die Konsequenz daraus wäre, dass die durch den MIM-Prozess eingebrachten Elemente zu einer Veränderung des Phasendiagramms führen.

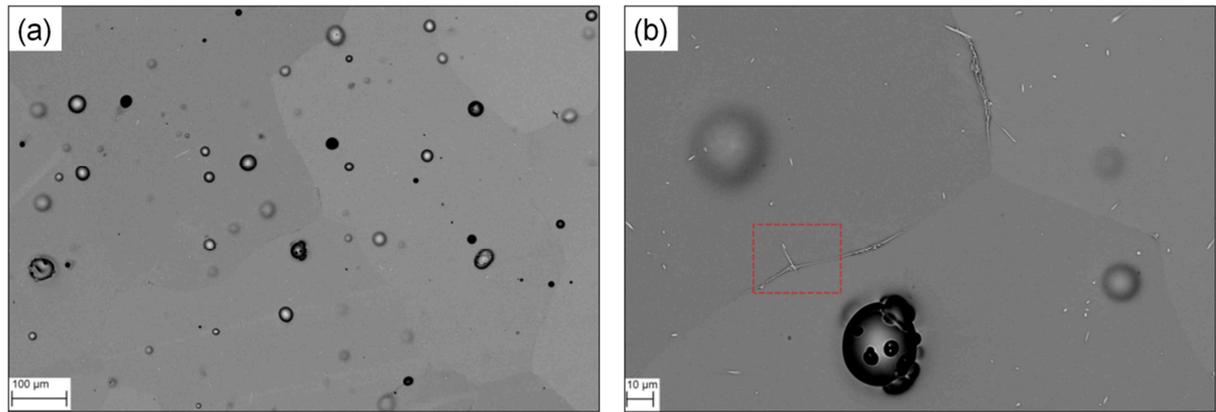


Abb. 4.16: REM-Aufnahmen der MIM-TNB-V5-Legierung nach 15 min Glühung bei 1445 °C und anschließendem OQ: (a) 100-fache und (b) 500-fache Vergrößerung

Der in Abb. 4.16 (b) rot markierte Bereich wurde aufgrund der hellen Phase an der Korngrenze einer genaueren Untersuchung mittels EDX-Analyse unterzogen und ist in Abb. 4.17 (a) stärker vergrößert dargestellt. Bei dem spießigen Gefügebestandteil dürfte es sich um ein Borid handeln, da das Element Bor nachgewiesen werden konnte (siehe Abb. 4.17 b). Das EDX-Spektrum in Abb. 4.17 (c) zeigt, dass sich Phosphor in der Probe befindet. Dabei handelt es sich um eine Komponente des Binders und ist somit durch den MIM-Prozess in das Material eingebracht worden. Durch die hohen Temperaturen könnte das Phosphor, das laut Phasendiagrammen [34, 35] in Aluminium und Titan kaum löslich ist, an die Korngrenze segregiert sein. Auf eine Quantifizierung der Werte musste wegen dem großen Anregungsvolumen bei der EDX-Analyse (im Vergleich zu den feinen Gefügebestandteilen) und der damit einhergehenden Verfälschung der Ergebnisse verzichtet werden. Es wurde eine Härte von 402 ± 36 HV 10 gemessen.

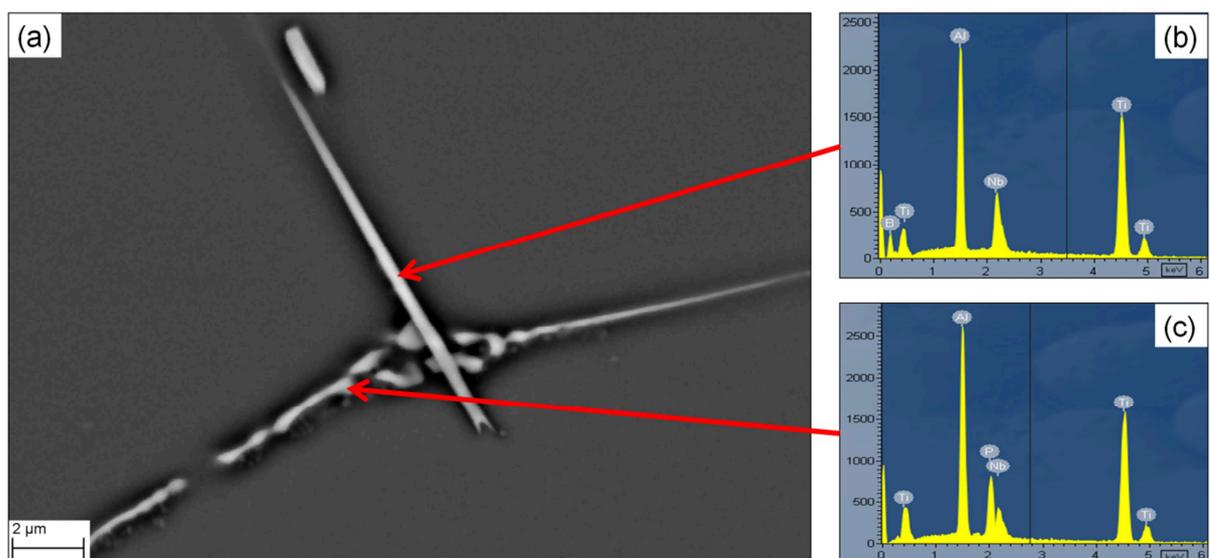


Abb. 4.17: (a) REM-Aufnahme mit 5000-facher Vergrößerung der MIM-TNB-V5-Legierung nach 15 min Glühung bei 1445 °C und anschließendem OQ mit (b) und (c) EDX-Spektren der markierten Gefügebestandteile

4.2.4 1500 °C, 15 min, Ölabschreckung

Laut Phasendiagramm (Abb. 4.8) glüht man bei 1500 °C im β -Einphasenfeld. Abbildung 4.18 zeigt, dass bei dieser Temperatur bereits die Korngrenzen der HIP-TNB-V5 aufschmelzen. Dieser erste schmelzartige Zustand, dessen Morphologie durch das OQ eingefroren werden konnte, ist reich an Aluminium, wie das EDX-Spektrum in Abb. 4.18 (d) im Vergleich zum EDX-Spektrum des restlichen Gefüges in Abb. 4.18 (e) zeigt. Des Weiteren wäre bei einer Glühung in einem Einphasenfeld mit einem deutlich gröberen Gefüge zu rechnen, was in Abb. 4.18 aber nicht zu sehen ist. Aufgrund dieser Ergebnisse wird davon ausgegangen, dass in einem Mehrphasenfeld geglüht wurde, wobei es sich aufgrund der aufgeschmolzenen Korngrenzen um das $L+\beta$ -Zweiphasengebiet handeln dürfte. Es wurde eine Härte von 411 ± 15 HV 10 gemessen. XRD-Untersuchungen haben keine aussagekräftigen Ergebnisse geliefert, wofür das durch Abschrecken zu stark verzerrte Gitter verantwortlich sein könnte.

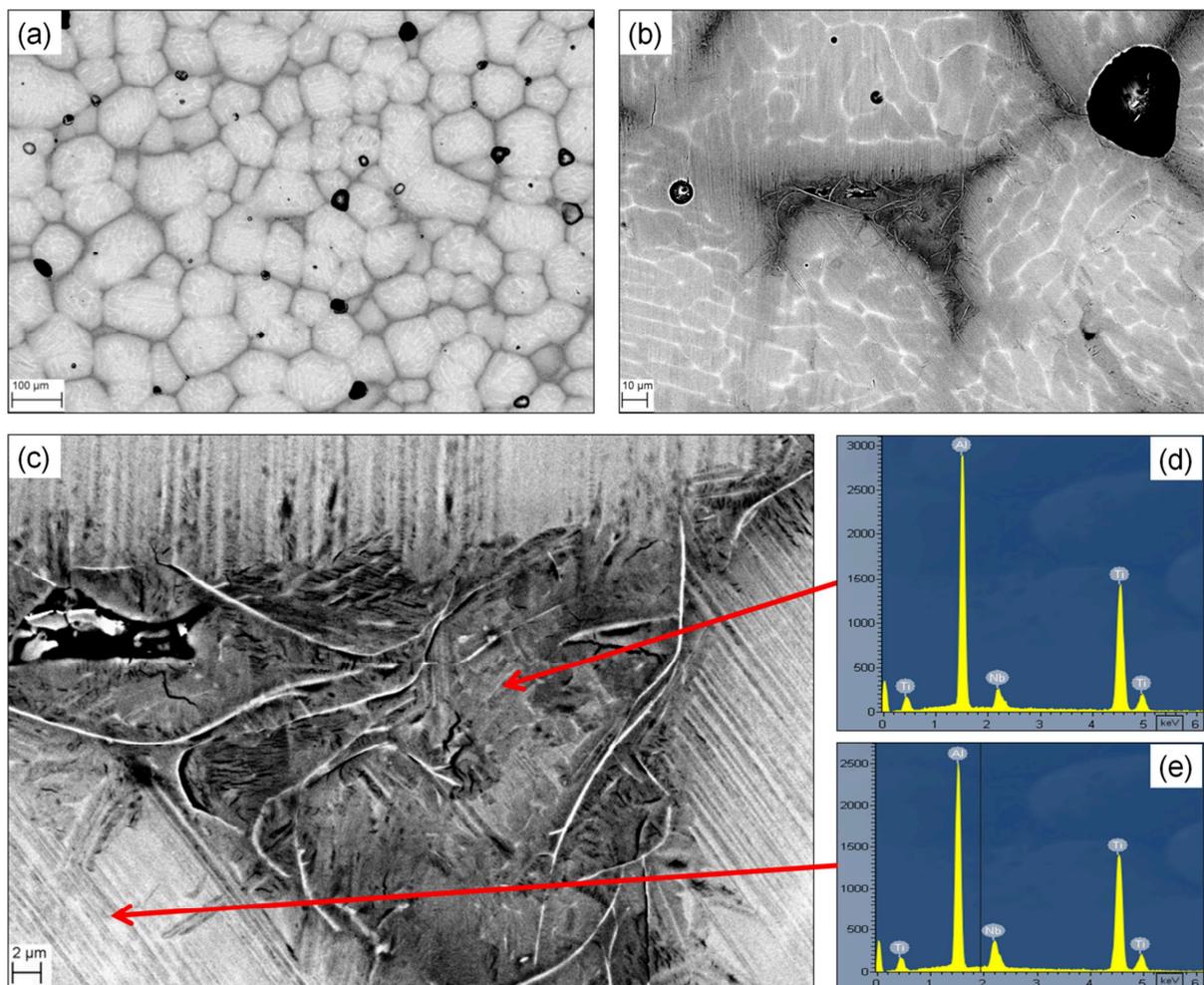


Abb. 4.18: REM-Aufnahme mit (a) 100-facher, (b) 500-facher und (c) 1500-facher Vergrößerung der HIP-TNB-V5-Legierung nach 15 min Glühung bei 1500 °C und anschließendem OQ mit (d) und (e) EDX-Spektren der markierten Gefügebestandteile

Auch bei der MIM-TNB-V5-Variante liegen bei dieser Temperatur aufgeschmolzene Korngrenzen vor (siehe Abb. 4.19). Die Korngrößen liegen wie bei der HIP-TNB-V5-Probe im Bereich von ca. 100 μm , weshalb auch hier davon ausgegangen werden kann, dass nicht im β -Einphasengebiet geblüht wurde.

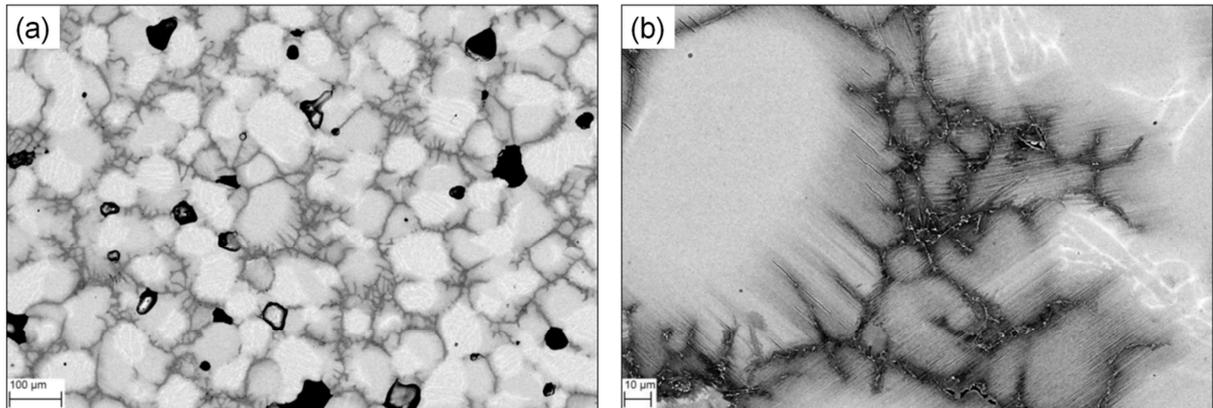


Abb. 4.19: REM-Aufnahme mit (a) 100-facher und (b) 500-facher Vergrößerung der MIM-TNB-V5-Legierung nach 15 min Glühung bei 1500 °C und anschließendem OQ

Während bei der HIP-TNB-V5-Variante (Abb. 4.18) sämtliche dieser Körner noch in kleinere, längliche Subkörner unterteilt sind, lassen sich bei der MIM-TNB-V5 auch einige Körner finden, bei denen diese Unterteilung vollständig fehlt. Auch die Form und Ausbildung der aufgeschmolzenen Phase unterscheidet sich im Vergleich zur HIP-TNB-V5-Variante.

Anhand der stark vergrößerten Darstellung der Korngrenze in Abb. 4.20 (a) kann man innerhalb der dunklen, vormals aufgeschmolzenen Phase, weitere helle Bestandteile erkennen. Wie das EDX-Spektrum in Abb. 4.20 (c) zeigt, ist die dunkle Phase wieder reicher an Aluminium im Vergleich zur umgebenden Matrix, deren EDX-Spektrum in Abb. 4.20 (b) dargestellt ist. In den hellen Bereichen innerhalb der dunklen Phase konnten die Elemente Silizium und Phosphor nachgewiesen werden (Abb. 4.20 d). Neben Phosphor handelt es sich auch bei Silizium um einen Bestandteil des beim MIM-Prozess eingesetzten Binders und wird verwendet um die Rieselfähigkeit des Pulvers zu erhöhen.

Laut Ti-P-Phasendiagramm aus [34] besitzt Titan kaum Löslichkeit für Phosphor, bildet jedoch ein niedrigschmelzendes Eutektikum mit einer eutektischen Temperatur von 1495 °C, welches sich hier entlang der aufgeschmolzenen Korngrenzen angereichert haben könnte. Die Härtemessungen ergaben einen Wert von 409 ± 18 . Auf XRD-Untersuchungen musste auch für diese Variante verzichtet werden.

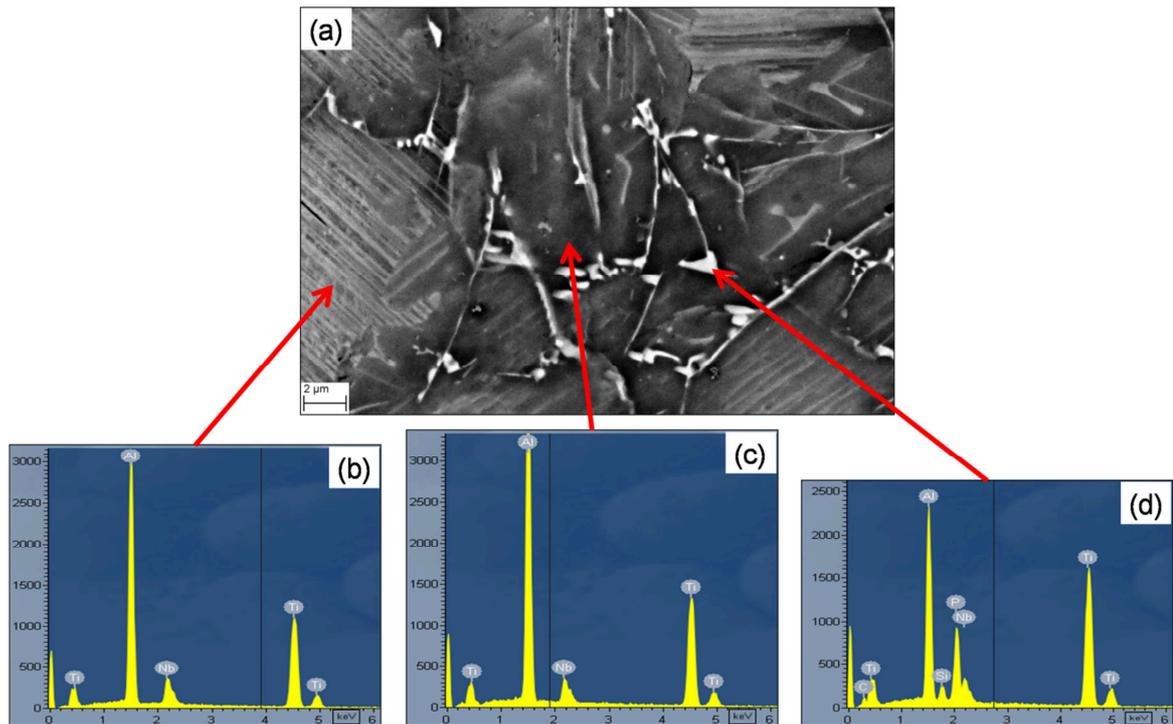


Abb. 4.20: (a) REM-Aufnahme der dunklen Korngrenzphase der MIM-TNB-V5-Legierung mit 4000-facher Vergrößerung nach 15 min Glühung bei 1500 °C und anschließendem OQ mit (b), (c) und (d) EDX-Spektren der markierten Gefügebestandteile

4.2.5 1500 °C, 15 min, Ofenabkühlung

Um feststellen zu können, wie sich das Gefüge ausbildet wenn Proben mit bereits aufgeschmolzenen Korngrenzen, wie sie in Abb. 4.18 und 4.19 dargestellt sind, langsam abgekühlt werden, wurde diese spezielle Wärmebehandlung durchgeführt. Abbildung 4.21 (a) zeigt das Gefüge der HIP-TNB-V5- und Abb. 4.21 (b) das Gefüge der MIM-TNB-V5-Variante nach langsamem Abkühlen von 1500 °C. Auffällig ist, dass in keiner der beiden Proben eine aluminiumreiche Phase an den Korngrenzen gefunden werden konnte. Zurückzuführen ist dies auf eine ausreichende Diffusion, welche die Konzentrationsunterschiede, die durch das Aufschmelzen entstanden sind, beim langsamen FC wieder ausgleicht. Auch eine phosphor- bzw. siliziumreiche Phase ist nicht mehr detektierbar. Des Weiteren ist erkennbar, dass die Kolonien bei der HIP-TNB-V5-Variante deutlich größer sind als jene der MIM-TNB-V5. Auch die Lamellen innerhalb der Kolonien sind dicker und haben einen größeren Abstand zueinander. Lamirand et al. [19] hat für Ti-48Al-x(Cr,Nb) Legierungen gezeigt, dass Sauerstoff die lamellare Mikrostruktur stabilisiert, wovon auch bei der TNB-V5-Legierung ausgegangen werden kann. Während die HIP-TNB-V5 zu 24 Vol.% aus α_2 - und 76 Vol.% γ -Phase besteht, konnten bei der MIM-TNB-V5-Variante 37 Vol.% α_2 - und 63 Vol.% γ -Phase nachgewiesen werden. Die gemessenen Härtewerte betragen 299 ± 2 HV 10 (HIP-TNB-V5) und 317 ± 18 HV 10 (MIM-TNB-V5).

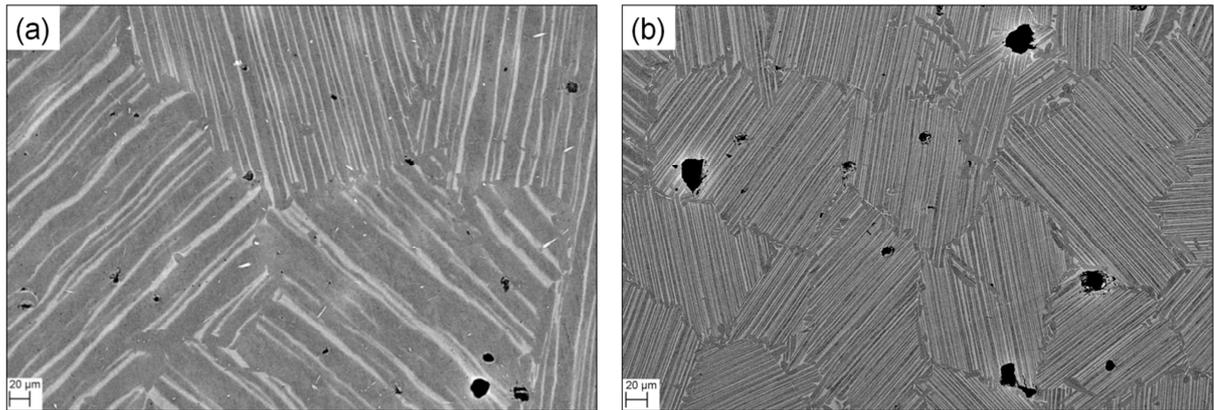


Abb. 4.21: REM-Aufnahmen mit je 200-facher Vergrößerung (a) der HIP-TNB-V5- und (b) der MIM-TNB-V5-Legierung nach 15 min Glühung bei 1500 °C und anschließendem FC

4.2.6 1550 °C, 15 min, Ofenabkühlung

Um einen noch größeren Anteil der Proben aufzuschmelzen wurden abschließend noch Glühversuche bei 1550 °C durchgeführt. Weil die Proben bei diesen Temperaturen zu instabil sind, um sie schnell und sicher aus dem Ofen zu entfernen, wurde für diese Temperaturen auf OQ-Versuche verzichtet. Das Gefüge der HIP-TNB-V5 Legierung nach dieser Wärmebehandlung ist in Abb. 4.22 ersichtlich. Die Übersichtsaufnahme in Abb. 4.22 (a) zeigt ein lamellares Gefüge mit Koloniegrößen im Bereich von 200 µm. Des Weiteren sind Poren mit mehreren 100 µm Ausdehnung erkennbar, weshalb auf Härtemessungen verzichtet wurde. Als Phasenanteile konnten 62 Vol.% α_2 - und 38 Vol.% γ -Phase detektiert werden.

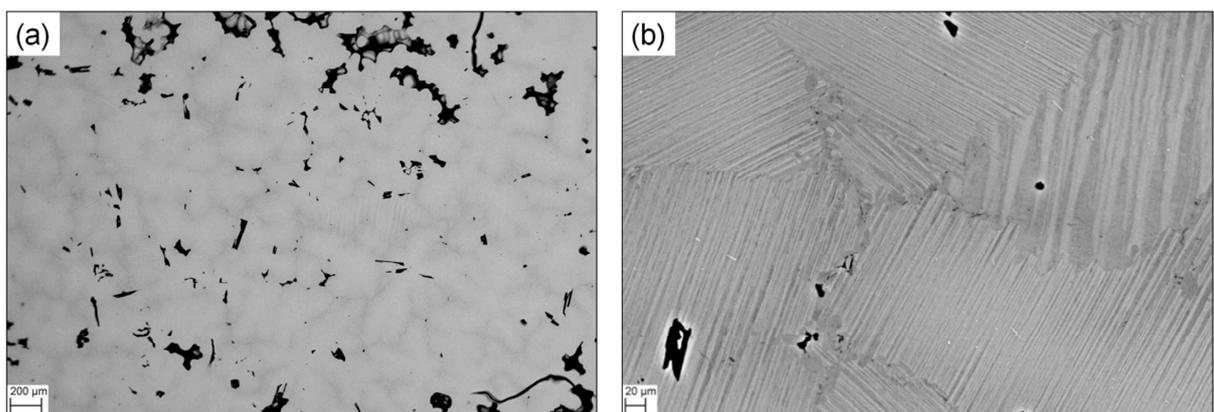


Abb. 4.22: REM-Aufnahme mit (a) 30-facher und (b) 200-facher Vergrößerung der HIP-TNB-V5-Legierung nach 15 min Glühung bei 1550 °C und FC

Auch beim in Abb. 4.23 dargestellten MIM-TNB-V5-Gefügestand sind Koloniegrößen im Bereich von 200 µm und zahlreiche Poren feststellbar. Es wurden 76 Vol.% α_2 - und 24 Vol.% γ -Phase gemessen. Auf Härtemessungen musste auch hier aufgrund der großen Poren verzichtet werden.

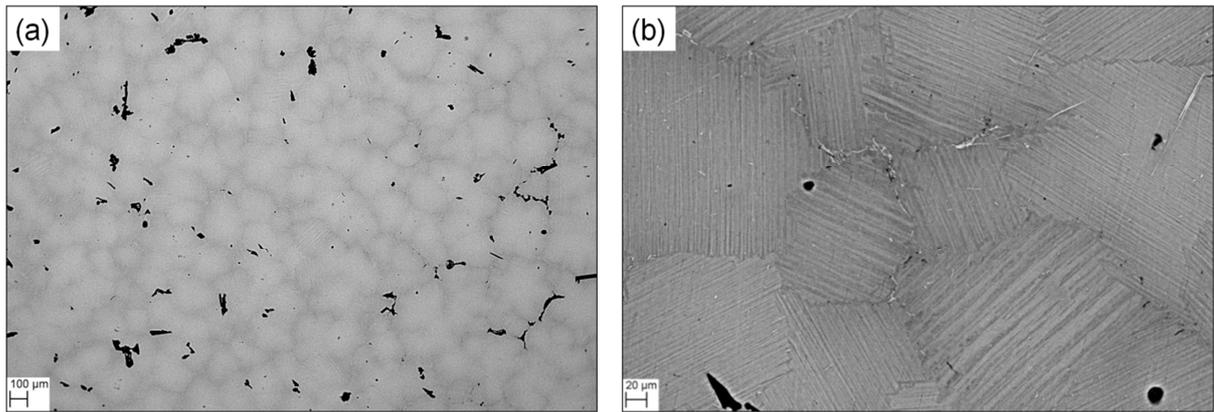


Abb. 4.23: REM-Aufnahme mit (a) 30-facher und (b) 200-facher Vergrößerung der MIM-TNB-V5-Legierung nach 15 min Glühung bei 1550 °C und FC

Sowohl entlang der Korngrenzen als auch im Inneren der Kolonien der MIM-TNB-V5-Variante konnten wieder Gefügebestandteile nachgewiesen werden, die, wegen ihres Fehlens bei der HIP-TNB-V5-Variante, auf durch den MIM-Prozess eingebrachte Elemente zurückzuführen sind. Abbildung 4.24 (a) zeigt eine Phase in Korngrenznähe, in der die Elemente Silizium und Phosphor (siehe EDX-Spektrum in Abb. 4.24 b) detektiert werden konnten. In Abbildung 4.24 (c) bzw. 4.24 (e) konnte Aluminiumoxid (Abb. 4.24 d) und Titankarbid (Abb. 4.24 f) nachgewiesen werden.

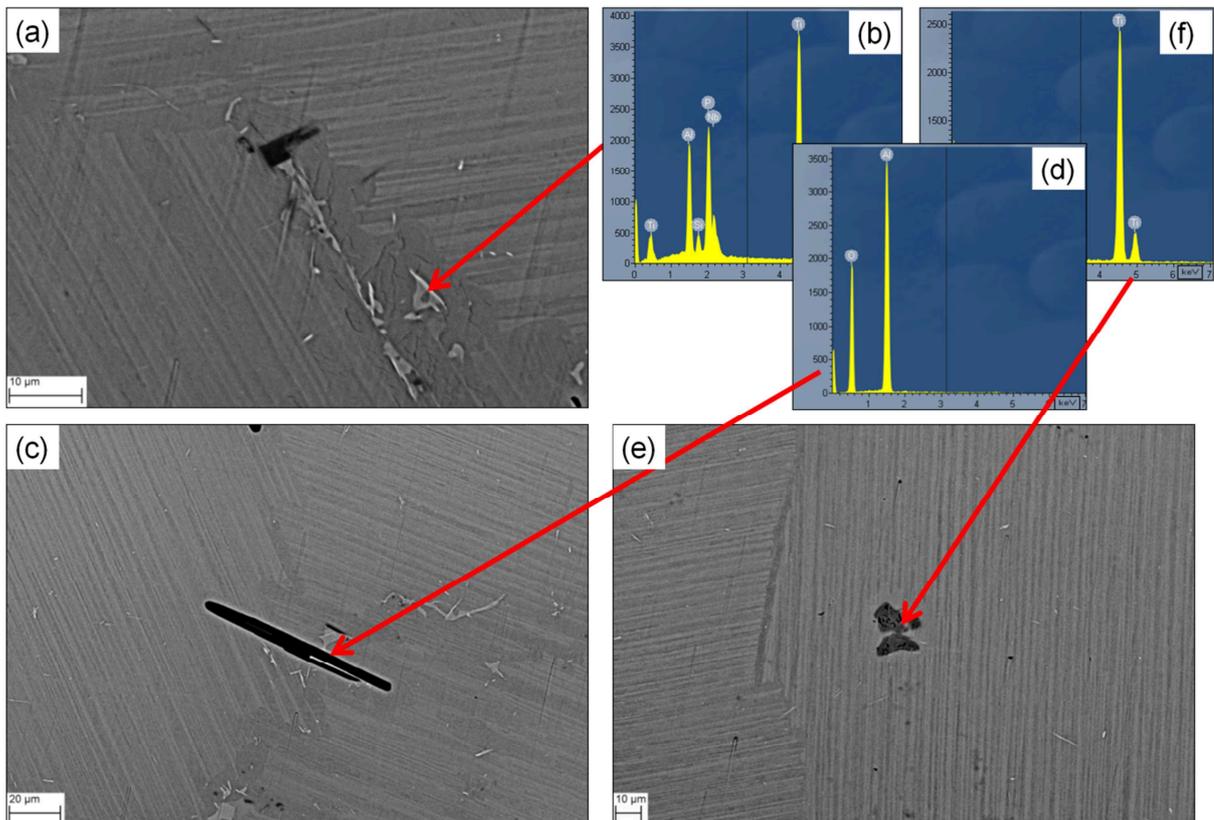


Abb. 4.24: REM-Aufnahme mit (a) 1500-facher, (c) und (e) 500-facher Vergrößerung der MIM-TNB-V5-Legierung nach 15 min Glühung bei 1550 °C und FC mit den zugehörigen EDX-Spektren (b), (d) und (f)

4.2.7 Übersicht: Ergebnisse der Wärmebehandlungen

Die Ergebnisse der Wärmebehandlungsstudien sind in Tab. 4.3 zusammengefasst. Es ist auffällig, dass, abgesehen von den OQ-Versuche bei 1250 °C, die HIP-TNB-V5- stets weniger α_2 -Phase enthält als die MIM-TNB-V5-Variante. Bei den OQ-Versuchen bei 1350 °C und 1445 °C ist dies auf die Unterdrückung der γ_{massiv} -Umwandlung zurückzuführen. Bei den durchgeführten Ofenabkühlungen kann der höhere Anteil an α_2 -Phase der MIM-TNB-V5-Variante auf eine Verlangsamung der Kinetik bei der $\alpha \rightarrow \gamma$ -Umwandlung zurückgeführt werden. Lediglich nach dem OQ-Versuch bei 1250 °C wurde für beide Phasen ein im Rahmen der Messgenauigkeit gleicher Wert gemessen, was darauf hindeutet, dass sich das Phasengleichgewicht zumindest in diesem Bereich nicht durch die beim MIM-Prozess eingebrachten Verunreinigungen verschiebt.

Tab. 4.3: Zusammenfassung sämtlicher Ergebnisse der Wärmebehandlungen

Wärmebehandlung	Variante	α_2 -Anteil [Vol.%]	β_o -Anteil [Vol.%]	γ -Anteil [Vol.%]	Härte HV 10
1250 °C/ 60 min/ OQ	HIP-TNB-V5	43	0	57	360 ± 1
	MIM-TNB-V5	42	0	58	334 ± 8
	TNM	76	14	10	399 ± 4
1350 °C/ 60 min/ OQ	HIP-TNB-V5	45	0	55	429 ± 18
	MIM-TNB-V5	100	0	0	382 ± 29
	TNM	51	**	**	429 ± 6
1445 °C/ 15 min/ OQ	HIP-TNB-V5	35	0	65	442 ± 7
	MIM-TNB-V5	100	0	0	402 ± 36
	TNM	94*	6	0	442 ± 4
1500 °C/ 15 min/ OQ	HIP-TNB-V5	**	**	**	411 ± 15
	MIM-TNB-V5	**	**	**	409 ± 18
	TNM	92*	8	0	443 ± 6
1500 °C/ 15 min/ FC	HIP-TNB-V5	24	0	76	299 ± 2
	MIM-TNB-V5	37	0	63	317 ± 18
1550 °C/ 15 min/ FC	HIP-TNB-V5	62	0	38	**
	MIM-TNB-V5	76	0	24	**

* mittels quantitativer Gefügeanalyse bestimmt

** Analyse nicht möglich/sinnvoll

Bei Betrachtung der Härtewerte scheint beim OQ mit zunehmender Temperatur die Härte anzusteigen. Die höchsten Werte wurden bei den TNB-V5-Varianten gemessen, die eine massive Umwandlung zeigen. Ein Vergleich mit der MIM-TNB-V5 ist jedoch auf Grund des möglichen Einflusses der Poren nicht möglich. Auch bei der TNM-Legierung wurden mit zunehmender Abschrecktemperatur höhere Härtewerte gemessen. Die niedrigste Härte wurde bei der HIP-TNB-V5 nach FC von 1500 °C gemessen. Die abnehmende Härte kann der größeren Lamellenbreite zugeschrieben werden [36]. Für die TNM-Legierung wurde auf FC-Versuche verzichtet.

4.3 Auswirkung von Sauerstoff auf die TNB-V5-Legierung

Ausgehend von einem TNB-V5-Pulver, bei welchem durch unterschiedlich langes Oxidieren drei verschiedene Sauerstoffgehalte (970 m.ppm, 1380 m.ppm und 1770 m.ppm) eingestellt werden konnten, wurden von der Robert Bosch GmbH drei HIP-Proben, wie in Kapitel 3.1.1 näher beschrieben, hergestellt. Bereits aus den REM-Aufnahmen (Abb. 4.25) kann man erkennen, dass die hellen Gefügebestandteile, bei denen es sich um α_2 -Phase handelt, mit zunehmendem Sauerstoffgehalt zunehmen. Auffällig sind die mit roten Pfeilen markierten, großen α_2 -Körner der Probe mit dem höchsten Sauerstoffgehalt in Abb. 4.25 (c), die in dieser Form bei den Proben mit niedrigeren Sauerstoffgehalten (Abb. 4.25 a und b) nicht auftreten.

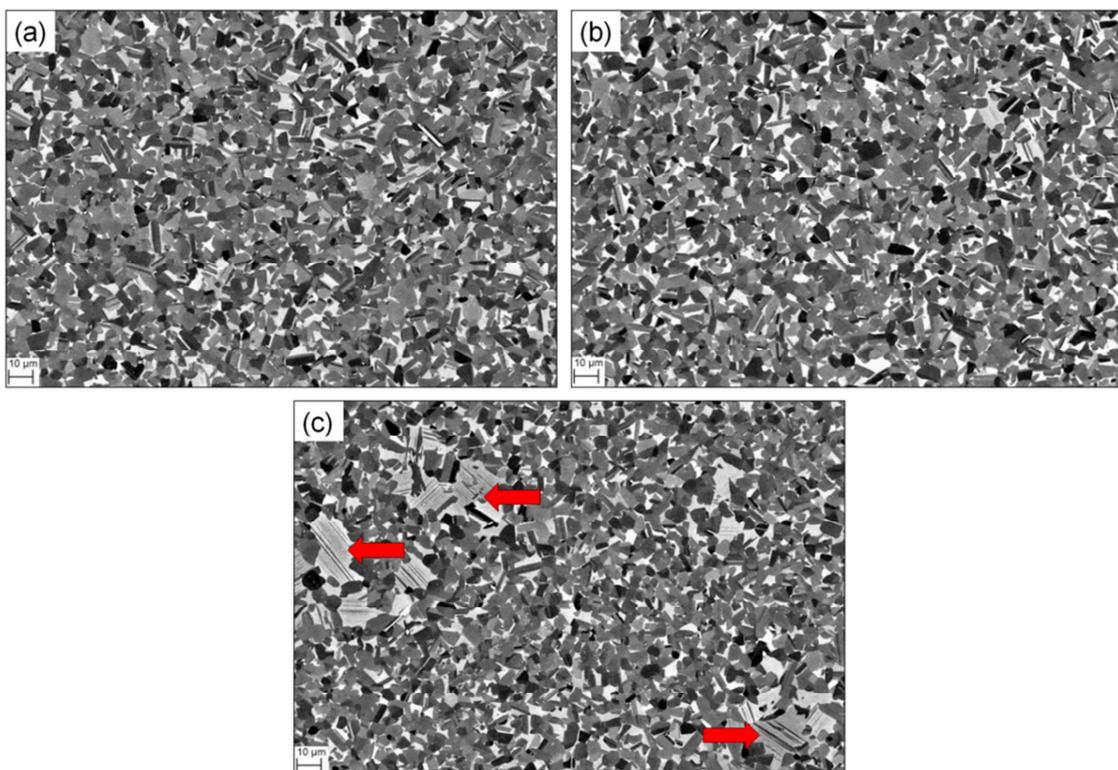


Abb. 4.25: REM-Aufnahmen mit je 500-facher Vergrößerung einer HIP-TNB-V5-Probe mit einem Sauerstoffgehalt von (a) 970 m.ppm, (b) 1380 m.ppm und (c) 1770 m.ppm

Die mittels XRD-Untersuchungen gemessenen Gefügeanteile sind zusammen mit den Ergebnissen der HV 10 Messungen in Abb. 4.26 dargestellt und zeigen, dass mit zunehmendem Sauerstoffgehalt die α_2 -Phase zunimmt und dass der höchste Härtewert bei der Probe mit dem höchsten Sauerstoffgehalt gemessen werden konnte, wobei die Unterschiede nur sehr gering sind.

Auf einen Vergleich mit den ursprünglichen HIP-TNB-V5-Proben wurde verzichtet, da, abgesehen vom Sauerstoffgehalt, keine weiteren chemischen Zusammensetzungen gemessen wurden und somit ein Vergleich aufgrund möglicher weiterer beim Oxidieren eingebrachter Elemente bzw. Einflüsse nicht sinnvoll ist. Bezugnehmend auf die Ergebnisse von Kapitel 4.2.1 ist davon auszugehen, dass bei 1250 °C, unabhängig vom Sauerstoffgehalt, gleich viel α -Phase vorliegt. Folglich lassen sich die unterschiedlichen α_2 -Phasenanteile nur durch die Verlangsamung der Kinetik bei der $\alpha \rightarrow \gamma$ -Umwandlung erklären.

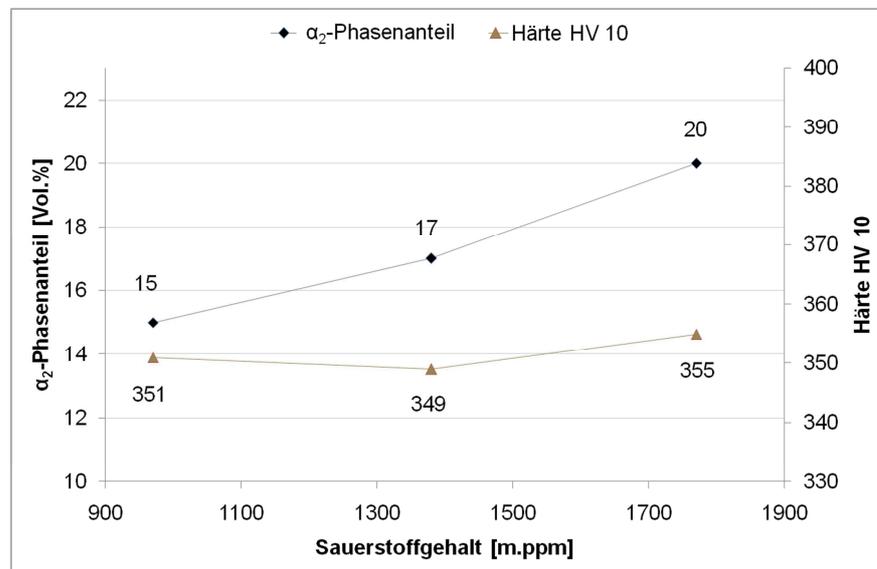


Abb. 4.26: α_2 -Phasenanteil und Härte in Abhängigkeit vom Sauerstoffgehalt für HIP-TNB-V5-Proben

Die drei HIP-Proben wurden anschließend einem MIM-Sinterprofil, ähnlich wie jenem in Abb. 3.2, ausgesetzt, wobei die Maximaltemperatur von 1475°C auf 1465°C gesenkt wurde. Wie in Abb. 4.27 ersichtlich, liegen nach dem Sinterprofil erwartungsgemäß Kolonien aus α_2 - und γ -Lamellen vor. Die Größe dieser Kolonien ist wiederum auf das langsame Durchlaufen des α -Einphasenfeldes und der damit verbundenen Kornvergrößerung zurückzuführen.

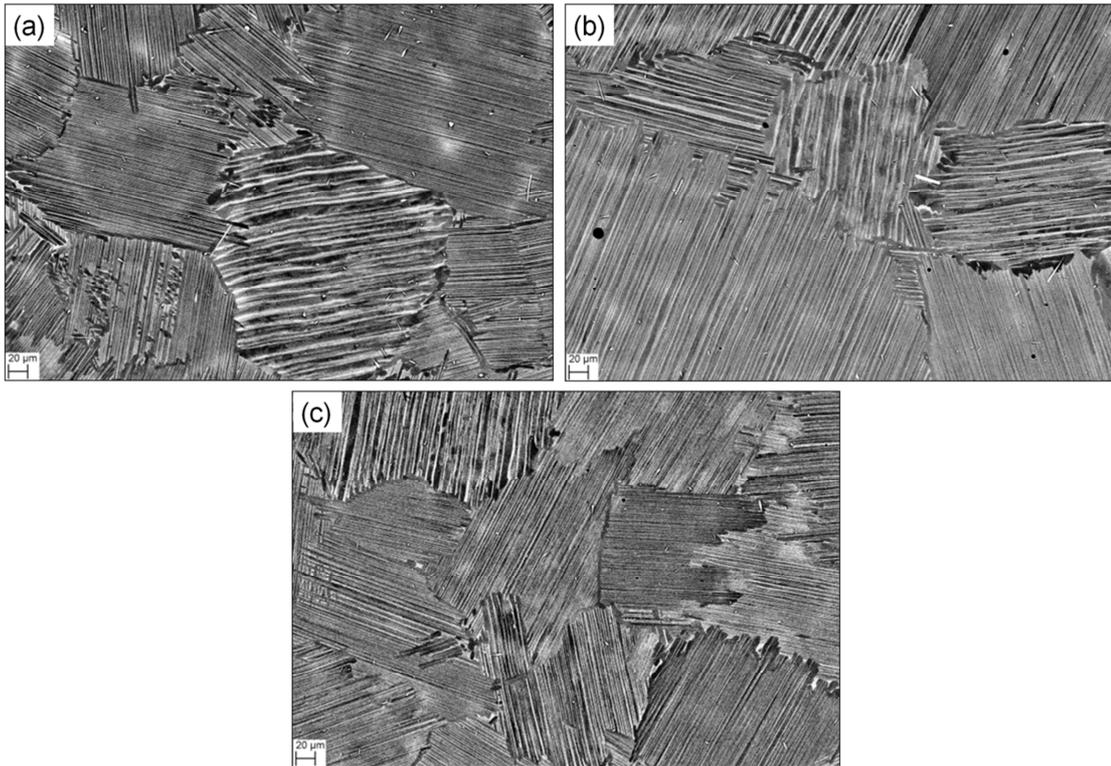


Abb. 4.27: REM-Aufnahmen mit je 200-facher Vergrößerung einer HIP-TNB-V5-Probe mit einem Sauerstoffgehalt von (a) 970 m.ppm, (b) 1380 m.ppm und (c) 1770 m.ppm nach Durchlaufen eines MIM-Sinterprofils

Die mittels XRD-Untersuchungen gemessenen Werte sind zusammen mit den Ergebnissen der HV 10 Messungen in Abb. 4.28 dargestellt und zeigen, dass zwischen 970 m.ppm und 1380 m.ppm Sauerstoffgehalt eine starke Zunahme an α_2 -Phase zu verzeichnen ist, während sich dieser Anteil zwischen 1380 m.ppm und 1770 m.ppm nicht mehr zu verändern scheint. In Hinblick auf Härtewerte konnte im Rahmen der Messgenauigkeit keine Tendenz aufgezeigt werden.

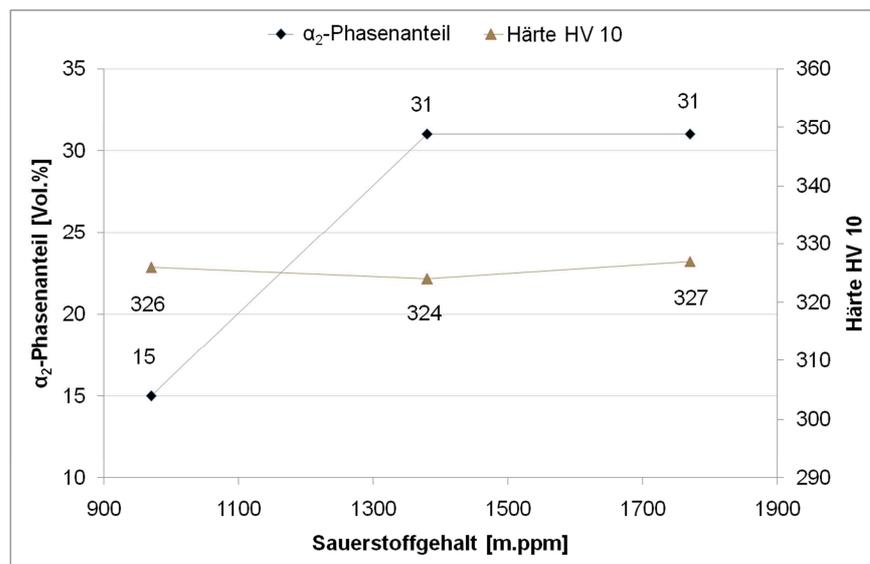


Abb. 4.28: α_2 -Phasenanteil und Härte in Abhängigkeit vom Sauerstoffgehalt für HIP-TNB-V5-Proben nach einem MIM-Sinterprofil

4.4 Berechnung des TNB-V5-Phasendiagramms für verschiedene Sauerstoffgehalte

Um mögliche Auswirkungen des Sauerstoffgehaltes auf das Phasendiagramm abschätzen zu können, wurden drei Phasendiagramme berechnet. Ausgehend von einer sauerstofffreien Legierung wurde die Sauerstoffkonzentration auf 950 m.ppm erhöht, um einen mit den HIP-TNB-V5-Varianten vergleichbaren Wert anzunehmen und anschließend auf 2800 m.ppm erhöht, um mit dem MIM-TNB-Zustand vergleichen zu können. Abbildung 4.29 zeigt die drei Phasendiagramme übereinandergelegt, wobei die eingezeichneten Pfeile in Richtung zunehmender Sauerstoffgehalte zeigen. Die unterschiedlich farbigen Linien begrenzen die Gebiete, in denen die entsprechende Phase stabil ist. Die ebenfalls auftretenden Borid-Phasen wurden zu Gunsten besserer Übersichtlichkeit nicht eingezeichnet. Entsprechend dieser Berechnungen verschiebt zunehmender Sauerstoffgehalt die Phasenfelder in Richtung niedrigerer Aluminiumgehalte und stabilisiert somit tendenziell die γ -Phase. Dieses Ergebnis steht jedoch klar im Gegensatz zu den Ergebnissen der Wärmebehandlungen (Kapitel 4.2), bei denen die sauerstoffärmeren Varianten stets einen niedrigeren oder maximal gleich hohen α_2 -Phasenanteil aufwiesen.

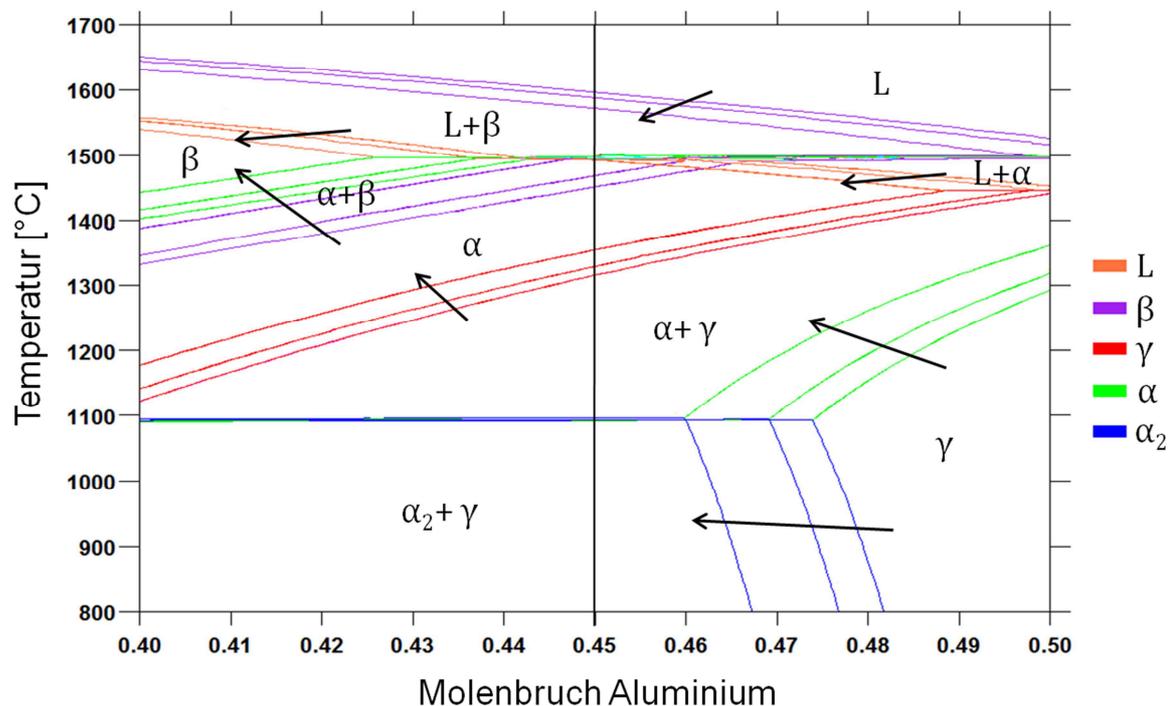


Abb. 4.29: Drei Schnitte durch das Ti-Al-Nb Phasendiagramm mit 970 m.ppm, 1380 m.ppm und 1770 m.ppm O für einen konstanten Nb-Gehalt von je 5 at.%. Die unterschiedlich farbigen Linien begrenzen den jeweiligen Existenzbereich einer Phase, die Pfeile zeigen in Richtung zunehmender Sauerstoffgehalte. Die vertikale, schwarze Linie markiert die Zusammensetzung der TNB-V5-Legierung

Eine Erstarrung über die β -Phase, wie das Phasendiagramm aus Abb. 4.8 für eine Legierung mit 45 at.% Aluminium und 5 at.% Niob vorschlägt, ist für keines der drei berechneten Phasendiagramme möglich und konnte auch im Zuge der Wärmebehandlungen (Kapitel 4.2) nicht nachgewiesen werden. Bei Betrachtung des Erstarrungspfades entlang der in Abb. 4.29 eingezeichneten vertikalen schwarzen Linie ist erkennbar, dass sich dieser mit zunehmendem Sauerstoffgehalt ändert. So durchlaufen die sauerstofffreie Variante und jene mit 950 m.ppm Sauerstoff folgende Felder bei der Erstarrung: $L \rightarrow L+\beta \rightarrow L+\alpha+\beta$ (die Dreikantröhre ist in Abb. 4.29 aufgrund der geringen Ausdehnung nicht erkennbar) $\rightarrow \alpha+\beta \rightarrow \alpha \rightarrow \alpha+\gamma \rightarrow \alpha_2+\gamma$. Für eine Konzentration von 2800 m.ppm Sauerstoff wurde errechnet, dass die Legierung, anstatt das $\alpha+\beta$ -Phasenfeld zu durchlaufen, über das $L+\alpha$ -Phasenfeld erstarrt. Dadurch wäre bereits bei niedrigeren Temperaturen von der Existenz einer flüssigen Phase auszugehen.

Vergleicht man die von Shuleshova et al. [37] durchgeführte in-situ-Synchrotron-Messungen für eine Ti-49,5Al-4,8Nb-Legierung mit dem in Abb. 4.29 gezeigten Phasendiagramm ohne Sauerstoff, so stimmen die gemessenen Phasenumwandlungstemperaturen gut mit den hier für 49,5 at.% Aluminium berechneten Werten überein.

4.5 DSC-Messungen zur Überprüfung der berechneten Phasendiagramme

Zur Überprüfung der unter Berücksichtigung von Sauerstoff berechneten Phasendiagramme (Kapitel 4.4) wurden an HIP-TNB-V5- und MIM-TNB-V5-Proben DSC-Messungen durchgeführt. Die jeweiligen gemessenen und berechneten Temperaturen sind in Tab. 4.4 dargestellt.

Die DSC-Kurve der HIP-TNB-V5-Variante ist in Abb. 4.30 dem für 950 m.ppm Sauerstoff berechneten Phasendiagramm vergleichend gegenübergestellt. Die in Abb. 4.30 eingezeichneten Temperaturen, bei denen laut DSC-Messungen Phasenumwandlungen auftreten, stimmen, abgesehen von der $\alpha_2 \rightarrow \alpha$ -Entordnung, gut mit dem berechneten Phasendiagramm überein und sind ebenso wie die berechneten Werte Tab. 4.4 zu entnehmen. Grund für die deutliche Abweichung ist vermutlich Kohlenstoff, welcher auch bei TNM-Legierungen die $\alpha_2 \rightarrow \alpha$ -Umwandlung zu höheren Temperaturen verschiebt [38].

Trotz Existenz einer Dreikantröhre für das dargestellte Dreistoffsystem könnte es sich bei der für 1498 °C detektierten Reaktion aufgrund der geringen Ausdehnung der Dreikantröhre und der Aufheizrate von 20 K/min um eine peritektische Umwandlung ($\alpha \rightarrow L+\beta$) handeln.

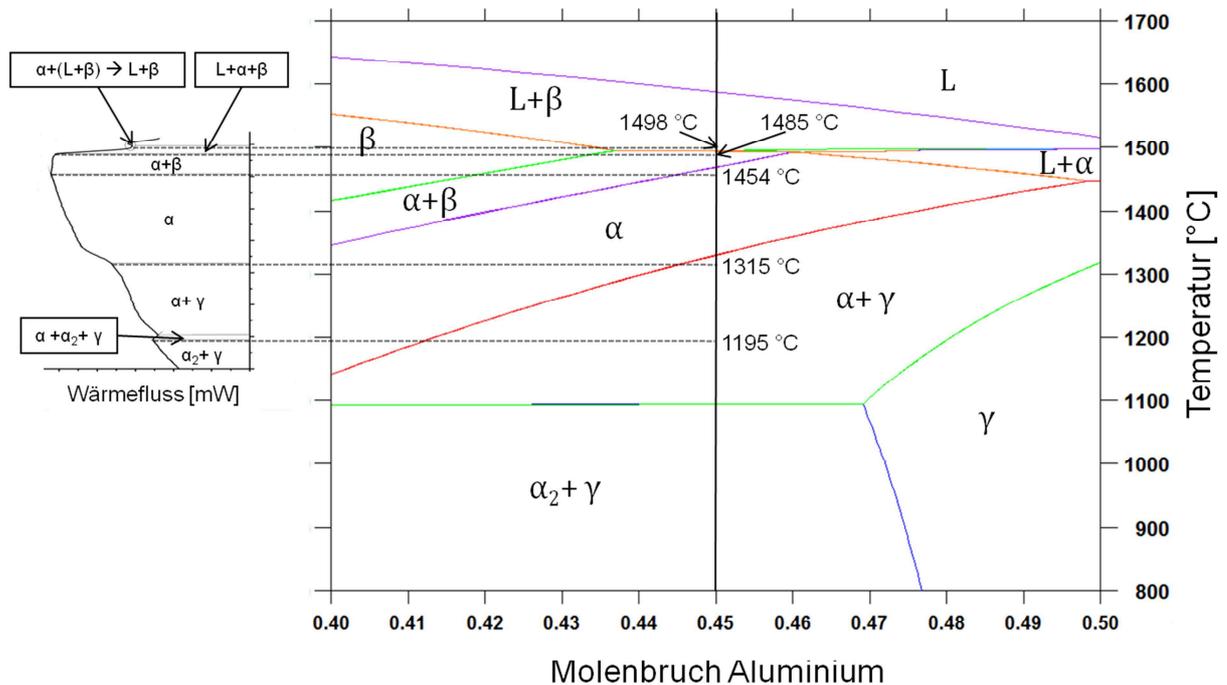


Abb. 4.30: Gegenüberstellung des Phasendiagramms für 950 m.ppm O aus Abb. 4.29 mit den Ergebnissen der DSC-Messung für die HIP-TNB-V5-Legierung

Es ist zu beachten, dass durch die Trägheit des Systems bei den DSC-Messungen die Umwandlungstemperaturen bei höheren Temperaturen auftreten als im tatsächlichen Gleichgewicht. Deutlich wird dies anhand der im Kapitel 4.2.3 beschriebenen Wärmebehandlung an der HIP-TNB-V5-Legierung, die sich bei 1445 °C bereits im $\alpha+\beta$ -Phasenfeld befunden hat, welches laut DSC-Messungen aber erst ab 1454 °C beginnt. Um Umwandlungstemperaturen mittels DSC-Messungen tatsächlich bestimmen zu können, sind Messungen mit unterschiedlichen Aufheizraten durchzuführen und die Ergebnisse auf eine unendlich langsame Aufheizrate zu extrapolieren.

Da auch durch die DSC-Messungen kein Indiz für das Vorhandensein eines β -Einphasenfeldes gefunden werden konnte, kann davon ausgegangen werden, dass das in Abb. 4.30 gezeigte Phasendiagramm besser zur Beschreibung der HIP-TNB-V5-Legierung geeignet ist als das ursprünglich angenommene (siehe Abb. 4.8).

Die DSC-Messung für die MIM-TNB-V5-Variante ist in Abb. 4.31 dem für 2800 m.ppm Sauerstoff berechneten Phasendiagramm gegenübergestellt. Während die $\alpha_2 \rightarrow \alpha$ -Umwandlung durch einen höheren Kohlenstoffgehalt der MIM-Variante zu noch höheren Temperaturen verschoben wird, ändert sich die Temperatur der $\alpha+\gamma \rightarrow \alpha$ -Umwandlung entgegen der Vorhersage durch die Berechnung kaum. Ob sich zwischen 1458 °C und 1476 °C tatsächlich das $L+\alpha$ -Phasenfeld befindet oder ob es sich entgegen der Berechnung noch um das $\alpha+\beta$ -Gebiet handelt, kann nicht mit Sicherheit gesagt werden.

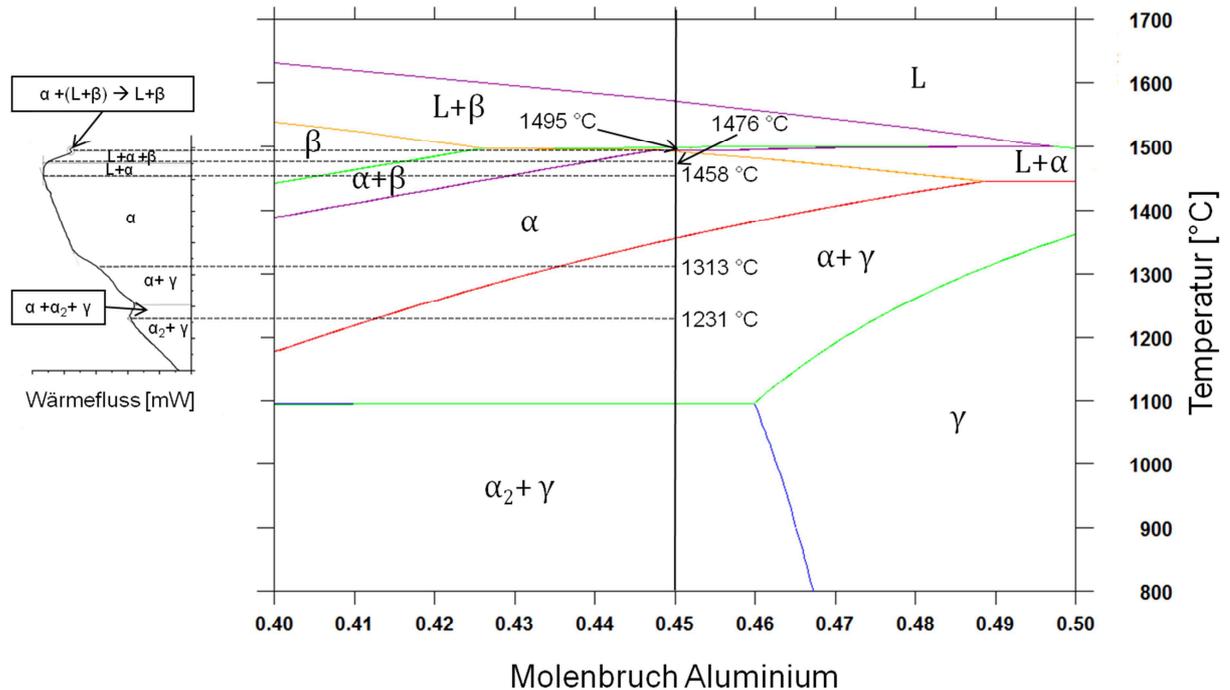


Abb. 4.31: Gegenüberstellung des Phasendiagramms für 2800 m.ppm O aus Abb. 4.29 mit den Ergebnissen der DSC-Messung für die MIM-TNB-V5-Legierung

Kohlenstoff, der in den Berechnungen nicht berücksichtigt werden konnte, könnte eine Verschiebung des Phasendiagramms und damit des L+α -Phasenfeldes in Richtung niedrigerer Aluminiumgehalte begünstigen. Die Auswirkungen der durch den MIM-Prozess eingebrachten Elemente Schwefel, Phosphor und Silizium sind jedoch unklar.

Tab. 4.4: Mittels Thermo-Calc berechnete und mittels DSC-Messungen abgeschätzte Umwandlungstemperaturen für die HIP-TNB-V5- und MIM-TNB-V5-Legierung

	$\alpha_2 \rightarrow \alpha$ (Beginn) [°C]	$\alpha_2 \rightarrow \alpha$ (Ende) [°C]	$\alpha + \gamma \rightarrow \alpha$ [°C]	$\alpha \rightarrow \alpha + \beta$ [°C]	$\alpha \rightarrow L + \alpha$ [°C]	$\alpha + \beta \rightarrow L + \alpha + \beta$ [°C]	$L + \alpha \rightarrow L + \alpha + \beta$ [°C]	$\alpha + (L + \beta) \rightarrow L + \beta^1$ [°C]
Berechnung für 950 m.ppm O	1092	1092	1330	1469	---	1491	---	1491
DSC-Messung HIP-TNB-V5	1195	1205	1315	1454	---	1485	---	1498
Berechnung für 2800 m.ppm O	1093	1093	1356	---	1491	---	1494	1497
DSC-Messung MIM-TNB-V5	1231	1255	1313	---	1458	---	1476	1495

¹ Peritektische Umwandlung

Vergleicht man allerdings die beiden sich ausbildenden Gefügearten für die HIP-TNB-V5- und MIM-TNB-V5-Variante in Kapitel 4.2.4, so ist erkennbar, dass sich beim Abschrecken von 1500 °C (also nahe dem Temperaturbereich, in dem entweder das $\alpha+\beta$ oder $L+\alpha$ -Phasenfeld vorliegt) eine unterschiedliche Morphologie ausbildet. Dies könnte ein weiteres Indiz für das Durchlaufen unterschiedlicher Phasenfelder sein. Ein klarer Beweis für diese Vermutung konnte im Rahmen dieser Arbeit jedoch nicht erbracht werden.

4.6 Ergebnisse der TEM-Untersuchungen

Die Proben für die TEM-Untersuchungen wurden einem MIM-Turboladerlaufrad entnommen, welches einen Sauerstoffgehalt von 1300 m.ppm aufwies. Die Wahl dieser Probe ist damit zu begründen, dass die Ergebnisse im Rahmen dieser Arbeit darauf hindeuten, dass eine Reduktion von Sauerstoff für die MIM-Turboladerlaufräder anzustreben ist und damit jenes Bauteil als am praxisnahesten eingestuft wurde.

Abbildung 4.32 zeigt eine Hellfeldaufnahme der mittels PIPS präparierten Probe. Auffällig dabei sind einerseits die stark variable Lamellenbreite und andererseits die detektierten Versetzungen. Spuren von Ausscheidungen wie Oxide oder Karbide konnten hingegen nicht gefunden werden.

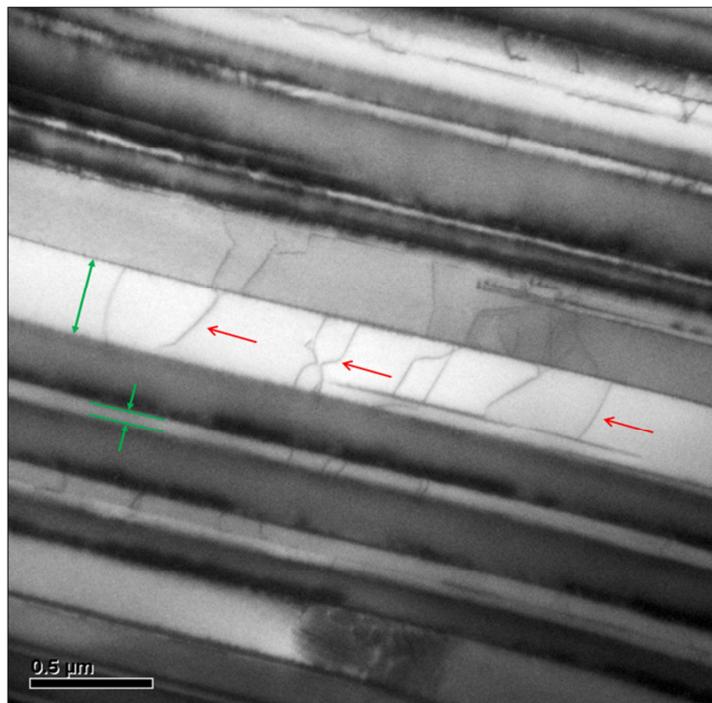


Abb. 4.32: TEM-Aufnahme im Hellfeldmodus der mittels PIPS hergestellten Probe. Die roten Pfeile zeigen beispielhaft Versetzungen, die grünen Pfeile zeigen zwei Lamellen mit unterschiedlicher Breite

Um ein Einbringen der Versetzungen im Rahmen der Präparation ausschließen zu können, wurde eine weitere Probe mittels elektrolytischen Polierens hergestellt. Wie Abb. 4.33 (a) und (b) zeigen, sind wieder Versetzungen detektierbar, weshalb die Probenpräparation als Grund für die Versetzungsbildung ausgeschlossen werden kann. Damit konnte gezeigt werden, dass trotz der langsamen Abkühlung im Rahmen des MIM-Sinterprofils die Versetzungen nicht signifikant ausheilen konnten. Dies könnte auf eine behinderte Versetzungsbewegung hinweisen, was auch durch die Sprödigkeit der untersuchten Proben belegt wird.

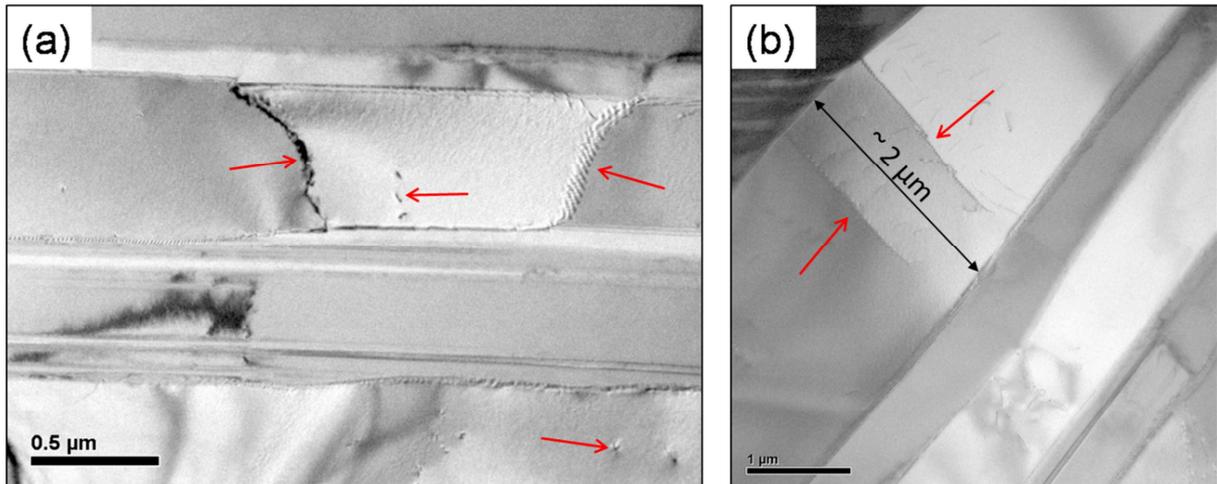


Abb. 4.33: TEM-Aufnahmen im Hellfeldmodus der mittels elektrolytischem Polieren hergestellten Probe. Die roten Pfeile markieren beispielhaft Versetzungen

4.7 Grundcharakterisierung weiterer potentieller Legierungen für den MIM-Prozess

Um die mögliche Eignung anderer TiAl-Legierungen für den MIM-Prozess abschätzen zu können, wurde eine Grundcharakterisierung für drei weitere Zusammensetzungen durchgeführt. Die jeweiligen Proben wurden dabei direkt aus einem fertigen MIM-Turbinenrad, hergestellt von der Robert Bosch GmbH, entnommen und werden in der Folge als X2- (Ti-46Al-8Nb-1,2Cr-0,5Si-0,2C-0,2B), X4- (Ti-47Al-8Nb-2Cr) und X5-Legierung (Ti-48Al-2Nb-2Cr) bezeichnet.

Aufgrund der sehr geringen Wandstärken konnten nur dementsprechend kleine Proben präpariert werden, weshalb auf Härtemessungen verzichtet werden musste. Auch im Rahmen der XRD-Untersuchungen kann davon ausgegangen werden, dass es sich bei den ermittelten Gefügeanteilen lediglich um einen groben Richtwert handelt, da die kleinen Proben keine ausreichende Statistik liefern können. Des Weiteren ist bei den drei Varianten lediglich die nominelle Zusammensetzung bekannt.

Man kann jedoch aufgrund der bisherigen Ergebnisse davon ausgehen, dass durch die Pulverherstellung bzw. den MIM-Prozess die Elemente Sauerstoff, Kohlenstoff, Phosphor, Schwefel und Silizium, in jeweils unbekanntem Konzentrationen, in die fertigen Turbinenräder eingebracht wurden.

4.7.1 Legierung X2

Wie in Abb. 4.34 ersichtlich, verfügt die X2-Legierung über eine lamellare Mikrostruktur mit Koloniegrößen im Bereich von 50 - 150 μm und ist damit mit der MIM-TNB-V5-Legierung aus Kapitel 4.1.2 vergleichbar. Auch wenn der, mittels XRD-Untersuchungen gemessene, α_2 -Phasenanteil von 10 Vol.% (bei 90 Vol.% γ -Phase) aufgrund der kleinen Probe mit einer großen Abweichung behaftet sein könnte, liegt er tendenziell dennoch niedriger als bei der MIM-TNB-V5-Variante.

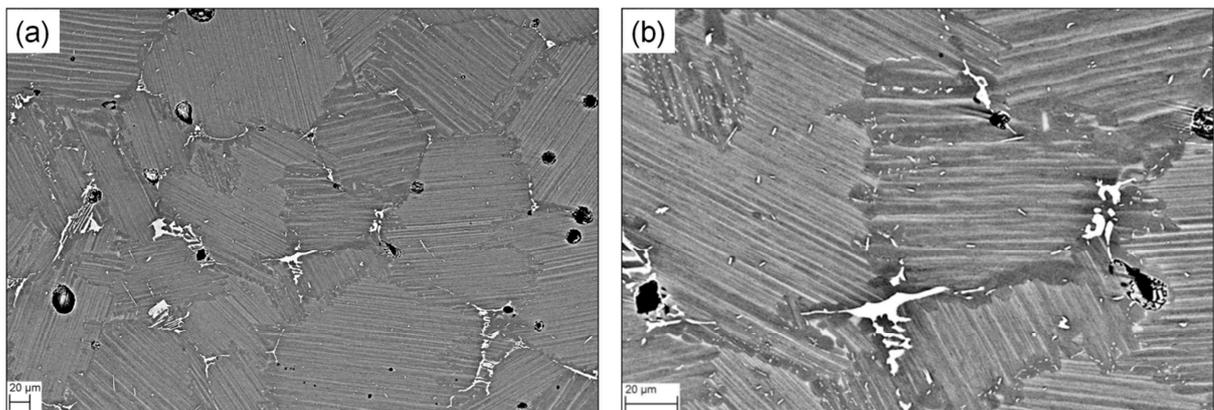


Abb. 4.34: REM-Aufnahmen der X2-Legierung nach MIM-Prozess mit (a) 200-facher und (b) 500-facher Vergrößerung

Eine weitere Phase ist entlang der Korngrenzen, besonders im Bereich der Kornzwickel, erkennbar und in Abb. 4.35 (b) stärker vergrößert dargestellt. Erste Vermutungen, dass es sich dabei um eine auch bei niedrigen Temperaturen stabile β_0 -Phase handelt, konnten aufgrund des Fehlens eines entsprechenden Peaks bei den XRD-Untersuchungen nicht bestätigt werden. Anhand der EDX-Spektren konnten lediglich größere Bereiche, in denen sich Phosphor und Silizium anreichern (Abb. 4.35 a), und kleinere niobreiche Bestandteile (Abb. 4.35 c) nachgewiesen werden. Bei der phosphorreichen Phase könnte es sich um ein niederschmelzendes, möglicherweise sprödes Eutektikum handeln, das sich in Hinblick auf die mechanischen Eigenschaften negativ auf das Turbinenrad auswirken könnte.

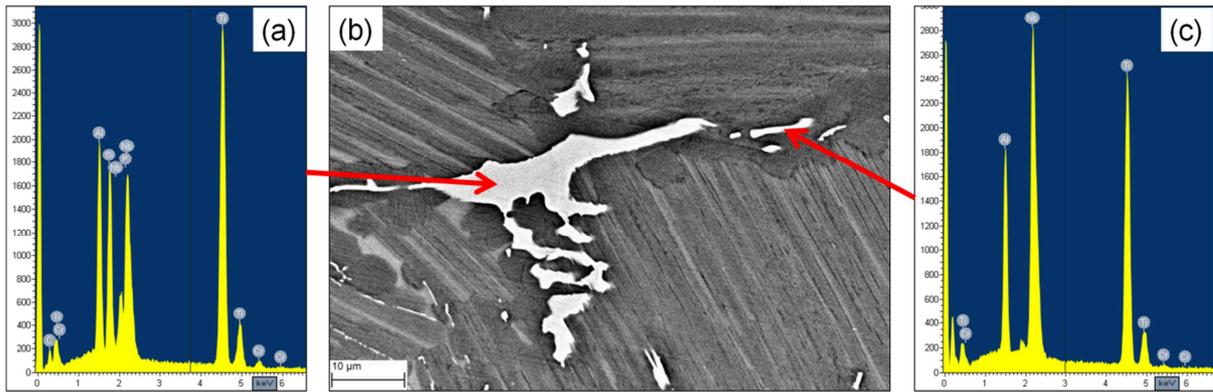


Abb. 4.35: REM-Aufnahme der X2-Legierung nach MIM-Prozess mit 1500-facher Vergrößerung (b) mit (a) und (c) EDX-Spektren der markierten Gefügebestandteile

4.7.2 Legierung X4

Abbildung 4.36 zeigt das Gefüge der X4 Legierung. Auch hierbei handelt es sich um eine lamellare Mikrostruktur, wobei die Koloniegröße mit Legierung X2 vergleichbar ist, obwohl auf Zugabe von Bor, dem eine gefügefeynende Wirkung zugeschrieben wird [15], verzichtet wurde. Es wurden 6 Vol. % α_2 - und 94 Vol. % γ -Phasenanteil gemessen.

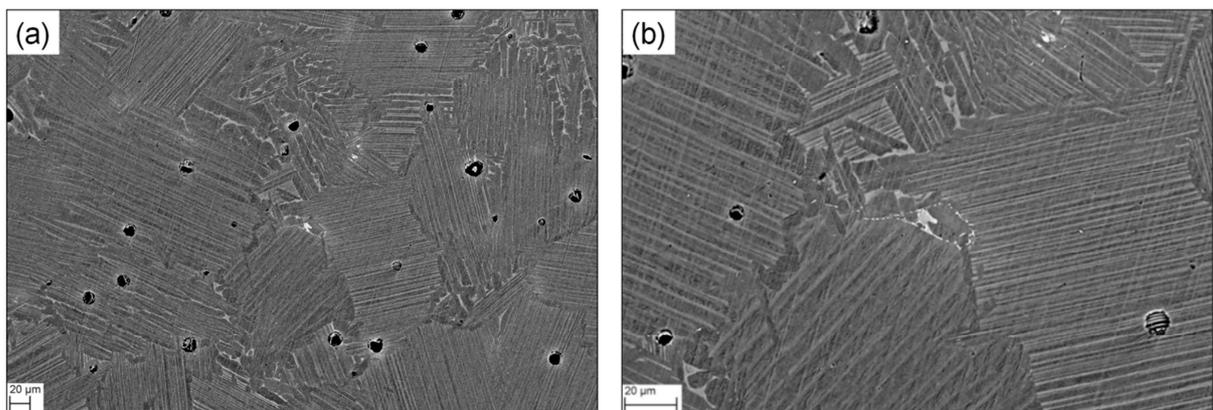


Abb. 4.36: REM-Aufnahmen der X4-Legierung nach MIM-Prozess mit (a) 200-facher und (b) 500-facher Vergrößerung

Auch bei dieser Legierungsvariante lässt sich eine hellere Korngrenzphase erkennen, die in Abb. 4.37 (a) stärker vergrößert dargestellt ist. Die Bereiche sind deutlich kleiner als jene der X2-Legierung. Das EDX-Spektrum in Abb. 4.37 (b) zeigt, dass diese Phase chrom- und eisenhaltig ist. Weitere Elemente wie Phosphor oder Silizium konnten nicht nachgewiesen werden.

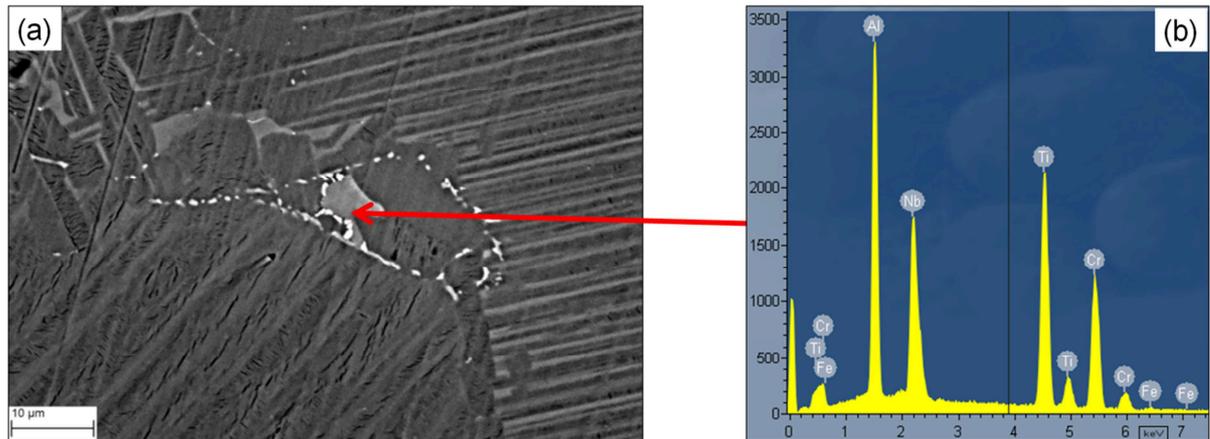


Abb. 4.37: REM-Aufnahme der X4-Legierung nach MIM-Prozess mit 1500-facher Vergrößerung (a) und EDX-Spektrum des markierten Gefügebestandteils (b)

4.7.3 Legierung X5

Wie in Abb. 4.38 ersichtlich, verfügt auch die X5-Legierung über eine lamellare Mikrostruktur. Auffällig sind die deutlich größeren Kolonien (im Bereich von 200 µm und größer) im Vergleich zu allen anderen im Rahmen dieser Arbeit untersuchten MIM-Legierungen. Während sich der Verzicht auf Bor bei der X4-Legierung nicht auf die Koloniegröße auszuwirken scheint, könnte das Fehlen der sich bildenden Boride bei dieser Legierung für das Wachstum der Kolonien verantwortlich sein.

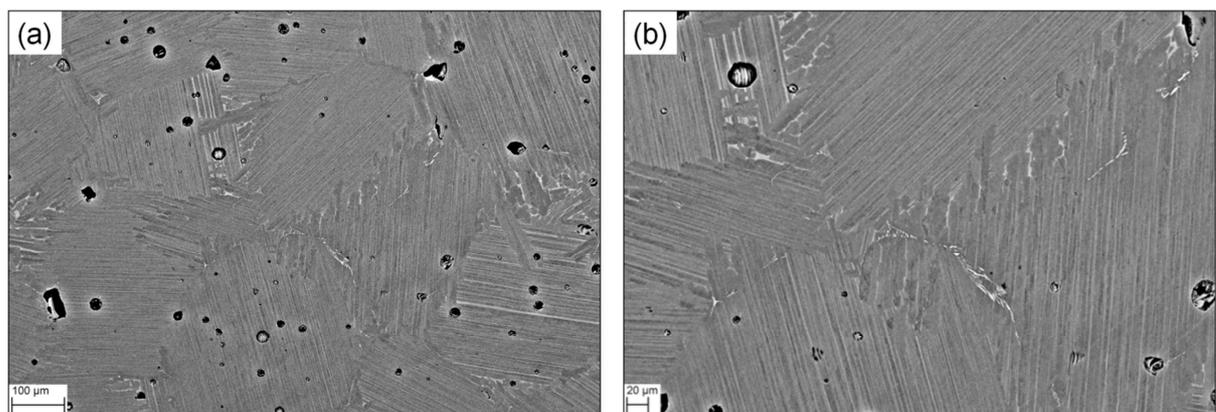


Abb. 4.38: REM-Aufnahmen der X5-Legierung nach MIM-Prozess mit (a) 100-facher und (b) 200-facher Vergrößerung

Laut XRD-Untersuchungen besteht das Gefüge zu ca. 9 Vol.% aus α_2 - und zu ca. 91 Vol.% aus γ -Phase. Auch für diese Legierung wurden geringe Mengen einer unbekannt Phase detektiert. Die Abbildungen 4.39 (a) und (b) zeigen die Morphologie dieser Phase bzw. das zugehörige Spektrum der EDX-Untersuchungen, bei welchen Phosphor und Silizium nachgewiesen werden konnten.

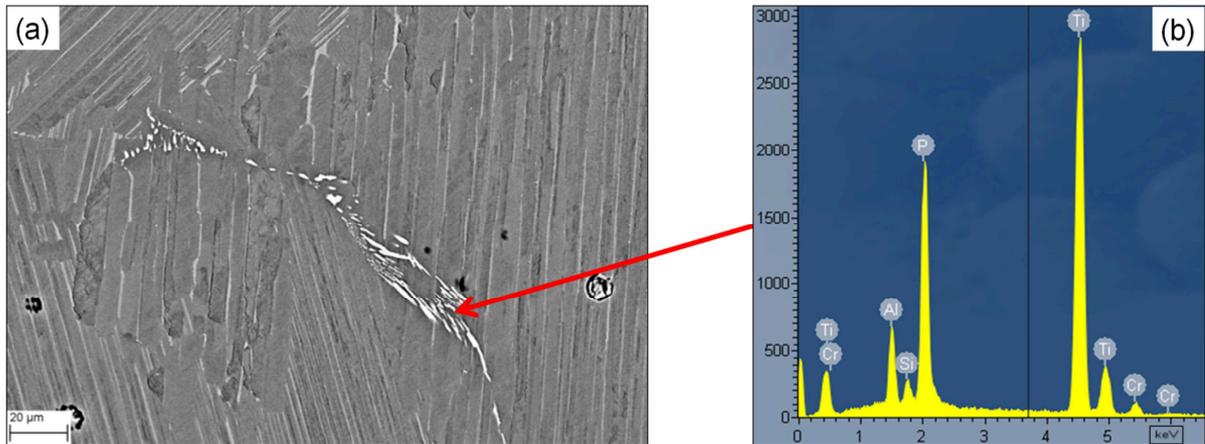


Abb. 4.39: REM-Aufnahme der X5-Legierung nach MIM-Prozess mit 500-facher Vergrößerung (a) und EDX-Spektrum des markierten Gefügebestandteils (b)

5 Zusammenfassung der Ergebnisse und Ausblick

Bei der Herstellung von Bauteilen aus TiAl-Legierungen ist aufgrund der schwierigen Nachbearbeitung eine endkonturnahe Fertigung von großem Interesse. Der MIM-Prozess ermöglicht die ökonomische Herstellung komplexer Formen und scheint daher prädestiniert für die Herstellung von Turboladerlaufrädern für die Automobilindustrie.

Um die Auswirkung dieses Verfahrens auf das Material analysieren zu können, wurde eine Grundcharakterisierung für eine HIP-TNB-V5-, eine MIM-TNB-V5- und eine schmelzmetallurgisch hergestellte TNM-Legierung durchgeführt. Dabei konnte festgestellt werden, dass der MIM-Prozess zu einem deutlichen Anstieg der Elemente Sauerstoff, Kohlenstoff, Stickstoff und Schwefel führt, wofür die Komponenten des Binders verantwortlich sind. Um den Einfluss des beim MIM-Prozess durchlaufenen Temperaturprofils auf die Eigenschaften auszuschließen, wurde dieses MIM-Sinterprofil auf die beiden weiteren Varianten angewandt, wodurch ein vergleichbares Gefüge eingestellt werden konnte. Es konnte mittels Härtemessungen nachgewiesen werden, dass die durch den MIM-Prozess eingebrachten Elemente zu einer Erhöhung der Werkstoffhärte führen. Einerseits lässt sich die Erhöhung der Härte durch ein Verzerren des Gitters durch die interstitiellen Elemente Sauerstoff bzw. Kohlenstoff begründen, andererseits auch durch den höheren Anteil der härteren [30] α_2 -Phase, wofür vor allem die durch Sauerstoff verlangsamte Kinetik bei der $\alpha \rightarrow \gamma$ -Umwandlung verantwortlich zu sein scheint. Für HIP-Proben mit verschiedenen Sauerstoffgehalten sowie für HIP-Proben nach einem MIM-Sinterprofil konnte zwar ein Anstieg an α_2 -Phase beobachtet werden, jedoch kein wesentlicher Einfluss auf die Härte.

Um mögliche Auswirkungen des MIM-Prozesses auf das Phasendiagramm feststellen zu können, wurden zum einen Wärmebehandlungsstudien durchgeführt und zum anderen Thermo-Calc-Berechnungen mit den Ergebnissen von DSC-Messungen verglichen. Während die Berechnungen von einer Verschiebung sämtlicher Phasenfelder in Richtung niedrigerer Aluminiumgehalte ausgeht, ist aufgrund der Wärmebehandlungen davon auszugehen, dass sich zumindest bei 1250 °C das Gleichgewicht nicht wesentlich verschiebt. Glühungen bei 1445 °C haben jedoch gezeigt, dass es bei dieser Temperatur bereits zu Änderungen hinsichtlich der Lage der Phasenfelder kommt. Es kann vermutet werden, dass die im Rahmen des MIM-Prozesses eingebrachten Elemente sogar zu einer Verschiebung des Erstarrungspfades führen, wofür ein endgültiger Beweis allerdings nicht erbracht werden konnte. Durch die DSC-Messungen konnte gezeigt werden, dass Anfangs- und Endtemperaturen der $\alpha_2 \rightarrow \alpha$ Entordnungsreaktion durch die

Verunreinigungen zu deutlich höheren Temperaturen verschoben werden. Einen weiteren Einfluss der Verunreinigungen auf die Umwandlungen zeigt die Unterdrückung der massiven γ -Transformation bei der MIM-Variante nach raschem Abschrecken aus dem α -Einphasengebiet.

Wurde im Rahmen der Wärmebehandlungen eine langsame Abkühlung gewählt, wurde trotzdem stets ein höherer α_2 -Phasenanteil gemessen. Ausgehend davon, dass bei niedrigeren Temperaturen das Phasendiagramm kaum beeinflusst wird, ist dieser Effekt wieder durch die Verlangsamung der Kinetik bei der $\alpha \rightarrow \gamma$ -Umwandlung zu sehen. Des Weiteren konnte durch Abschreckversuche gezeigt werden, dass, abgesehen von den anfänglich gemessenen Verunreinigungen, durch den MIM-Prozess auch noch Phosphor und Silizium, welche Komponenten des Binders darstellen, in das Material eingebracht werden. Besonders Phosphor kann zusammen mit Titan ein niederschmelzendes, möglicherweise sprödes Eutektikum an den Korngrenzen bilden, welches die Eigenschaften des fertigen Materials deutlich verschlechtern würde. Bei den Varianten X2 und X5 konnten in den fertigen MIM-Turboladerlaufrädern ebenfalls solche Phasen nachgewiesen werden.

Die durchgeführten TEM-Untersuchungen haben gezeigt, dass sich durch die Verunreinigungen zwar keine Ausscheidungen im Material bilden, dafür konnte eine Vielzahl an scheinbar schwer beweglichen Versetzungen detektiert werden. Durch die Existenz schwer beweglicher Versetzungen in der γ -Phase ist mit einem geringeren Umformvermögen des hergestellten Bauteils zu rechnen. Eine fundierte Aussage würde eine Vertiefung der TEM-Untersuchungen bedeuten, was den Rahmen dieser Diplomarbeit aber überschritten hätte.

Um MIM-Turboladerlaufräder einsetzen zu können, muss die Konzentration der eingebrachten Verunreinigungen noch deutlich verringert werden. Des Weiteren müssen die genauen Auswirkungen der einzelnen Verunreinigungen und deren Kombination auf das mechanische Verhalten des Materials genauer verstanden werden, um kritische Grenzwerte festlegen zu können, die ein unkompliziertes Verbauen des Laufrades zulassen und in weiterer Folge eine sichere Betriebsdauer garantieren.

Literaturverzeichnis

- [1] H. Baur, D.B. Wortberg, H. Clemens, "Titanium Aluminides for Automotive Applications", Gamma Titanium Aluminides, eds. Y.W. Kim, H. Clemens, A.H. Rosenberger, The Minerals, Metals and Materials Society (TMS), Warrendale, PA, USA, 2003, 23-31.
- [2] M. Mayer, G. Krämer, "Abgasturbolader: Sinnvolle Nutzung der Abgasenergie", Verlag Moderne Industrie, Landsberg, 1994
- [3] T. Tetsui, S. Ono, "Endurance and Composition and Microstructure Effects on Endurance of TiAl used in Turbochargers", Intermetallics, 7 (1999), 689-697.
- [4] H. Clemens, S. Mayer, "Intermetallisches Titanaluminid – Ein innovativer Leichtbauwerkstoff für Hochtemperaturanwendungen", BHM Berg- und Hüttenmännische Monatshefte, 156(2011), 255-260.
- [5] H.Clemens, S. Mayer, "Design, Processing, Microstructure, Properties, and Applications of Advanced Intermetallic TiAl Alloys", Advanced Engineering Materials, 4 (2013), 191-215.
- [6] W. Smarsly , H. Baur , G. Glitz , H. Clemens , T. Khan, M. Thomas, "Titanium Aluminides for Automotive and Gas Turbine Applications", Structural Intermetallics, K.J. Hemker, D.M. Dimiduk, H. Clemens, R. Darolia, H. Inui, J.M. Larsen, V.K. Sikka , M. Thomas, J.D. Whittenberger, eds. The Minerals, Metals and Materials Society (TMS), Warrendale, PA, USA, 2001.
- [7] T. Tetsui, "The Effect of Composition on the Endurance of TiAl Alloys in Turbocharger Applications", Gamma Titanium Aluminides, Y-W. Kim, D.M. Dimiduk, M.H. Loretto, eds., The Minerals, Metals and Materials Society (TMS), Warrendale, PA, USA, 1999, 15-23.
- [8] R.Golloch, "Downsizing bei Verbrennungsmotoren", Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, 2005.
- [9] T. Tetsui, "Development of a TiAl turbocharger for passenger vehicles", Materials Science and Engineering A, 329–331 (2002), 582–588
- [10] V.T. Witusiewicz, A.A. Bondar, U. Hecht, T.Ya. Velikanova, "The Al-B-Nb-Ti System: IV. Experimental Study and Thermodynamic Re-Evaluation of the Binary Al-Nb and Ternary Al-Nb-Ti Systems", Journal of Alloys and Compounds, 472 (2009), 133-161.

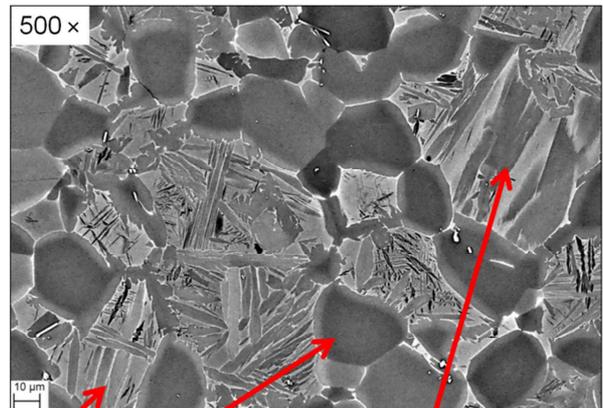
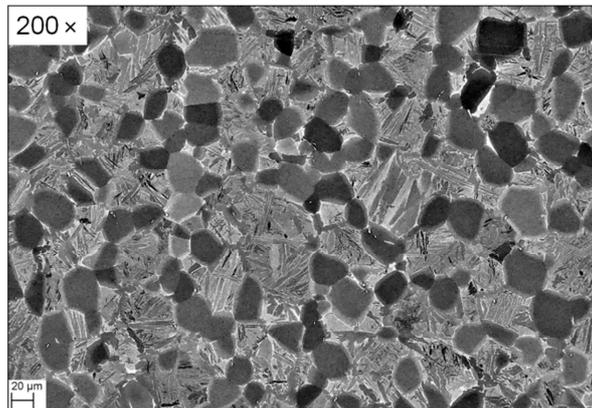
- [11] B. Böck, "Untersuchung und Verifizierung des quasibinären Zustandsdiagramms für β -erstarrende TNM-Legierungen auf Basis von Ti-(41-45)Al-4Nb-1Mo-0.1B", Diplomarbeit, Montanuniversität Leoben, Österreich, 2008.
- [12] F. Appel, J.D.H. Paul, M. Oehring, "Gamma Titanium Aluminide Alloys", Wiley-VCH, Weinheim, 2011.
- [13] W.G. Burgers, "On the process of transition of the cubic-body-centered modification into the hexagonal-closed-packed modification of Zirconium", *Physica*, 1 (1934), 561-586.
- [14] M.J. Blackburn, "The Science, Technology and Application of Titanium", Pergamon Press Ltd., Oxford, 1970, 633-643.
- [15] R. Gerling, H. Clemens, F.P. Schimansky, "Power metallurgical processing of intermetallic gamma titanium aluminides", *Advanced Engineering Materials*, 6 (2004), 23-38.
- [16] R. Gerling, F.P. Schimansky, "Prospects for metal injection moulding using a gamma titanium aluminide based alloy powder", *Material Science and Engineering A*, 329-331 (2002), 45-49.
- [17] C. Ouchi, H. Iizumi, and S. Mitao, "Effects of ultra-high purification and addition of interstitial elements on properties of pure titanium and titanium alloy", *Material Science and Engineering A*, 243 (1998), 186-95.
- [18] W. Lefebvre, A. Menand, A. Loiseau, D. Blavette, "Atom probe study of phase transformations in a Ti-48 at.% Al alloy", *Material Science and Engineering A*, 327 (2002), 40-46.
- [19] M. Lamirand, J.-L. Bonnentien, G. Ferrière, S. Guèrin, J.-P. Chevalier, "Relative effects of chromium and niobium on microstructure and mechanical properties as a function of oxygen content in TiAl alloys", *Scripta Materialia*, 56 (2007), 325-328.
- [20] M. Lamirand, J.-L. Bonnentien, G. Ferrière, S. Guèrin, J.-P. Chevalier, "Effects of interstitial oxygen on microstructure and mechanical properties of Ti-48Al-2Cr-2Nb with fully lamellar and duplex microstructures", *Metallurgical And Materials Transactions* 37A (2006), 2369-2378.
- [21] Ye Wei, Ying Zhang, Hong-Bo Zhou, Guang-Hong Lu, Huibin Xu, " First-principles investigation on shear deformation of a TiAl/Ti3Al interface and effects of oxygen", *Intermetallics*, 22 (2012), 41-46
- [22] H. Clemens, S. Mayer, "Intermetallische γ -Titanaluminid-Basislegierungen aus metallographischer Sicht - eine Fortsetzung, *Praktische Metallographie* 48 (2011) 2, 64-100.

- [23] P. Erdely, R. Werner; E. Schwaighofer, H. Clemens, S. Mayer, " In-situ study of the time-temperature-transformation behaviour of a multi-phase intermetallic β -stabilised TiAl alloy", *Intermetallics* (2014), <http://dx.doi.org/10.1016/j.intermet.2014.09.011>.
- [24] H. Clemens, W. Wallgram, M. Schloffer, "Method for producing a component and components of a titanium-aluminium base alloy", United States Patent Application Publication, (2011), Pub. No.: Us 2011/0277891 A1
- [25] M. Schloffer, T. Schmoelzer, S. Mayer, E. Schwaighofer, G. Hawranek, F.-P. Schimansky, F. Pyczak, H. Clemens, "Charakterisierung einer pulvermetallurgisch hergestellten TNMTM-Titanaluminid-Legierung mittels komplementärer quantitativer Methoden", *Praktische Metallographie* 48 (2011), 594-604.
- [26] L.B. McCusker, R.B. Von Dreele, D.E. Cox, D. Louër, P. Scardi, "Rietveld refinement guidelines", *Journal of Applied Crystallography*, 32 (1999), 36-50.
- [27] L. Spieß, G. Teichert, R. Schwarzer, H. Behnken, C. Genzel, "Moderne Röntgenbeugung, Röntgendiffraktometrie für Materialwissenschaftler, Physiker und Chemiker", Vieweg+Teubner, Wiesbaden, 2009, 217-256.
- [28] B. Jansson, M. Schalin, M. Selleby, B. Sundman, "Computer Software in Chemical and Extractive Metallurgy", eds. C. W. Bale and G. A. Irins, Quebec: Canadian Inst. Met., 1993, 57-71.
- [29] N. Saunders, "Phase equilibria in multi-component γ -TiAl based alloys", *Gamma Titanium Aluminides*, eds. Y.-W. Kim, D. M. Dimiduk, M. H. Loretto, The Minerals, Metals and Materials Society (TMS), Warrendale, PA, USA, 1999, 183-188.
- [30] S. Gebhard, F. Pyczak, M. Göken, " Microstructural and micromechanical characterisation of TiAl alloys using atomic force microscopy and nanoindentation", *Materials Science and Engineering A*, 523 (2009), 235–241.
- [31] A. Huang, M.H. Loretto, D. Hu, K. Liu, Xinhua Wu, "The role of oxygen content and cooling rate on transformations in TiAl-based alloys", *Intermetallics*, 14 (2006), 838-847.
- [32] E. Gamsjäger, Y. Liu, M. Rester, P. Puschnig, C. Draxl, H. Clemens, G. Dehm, F.D. Fischer, "Diffusive and massive phase transformations in Ti-Al-Nb alloys - Modelling and experiments", *Intermetallics* 38 (2013), 126-138.
- [33] T.B. Massalski, "Massive transformation revisited", *Metallurgical and Materials Transactions* 33A (2002), 2277-2283.
- [34] Springer Materials, The Landolt-Börnstein Database, http://www.springermaterials.com/docs/pdf/10542753_2389.html, Juni 2014

- [35] Springer Materials, The Landolt-Börnstein Database, http://www.springermaterials.com/docs/pdf/10655491_48.html?queryterms=%22al-p%22, Juni 2014
- [36] L. Cha, H. Clemens, G. Dehm, "Microstructure evolution and mechanical properties of an intermetallic Ti-43.5Al-4Nb-1Mo-0.1B alloy after ageing below the eutectoid temperature", *International Journal of Materials Research*, 102 (2011) 6, 703-708
- [37] O. Shuleshova, D. Holland-Moritz, W. Löser, A. Voss, H. Hartmann, U. Hecht, V.T. Witusiewicz, D.M. Herlach, B. Büchner, "In situ observations of solidification processes in γ -TiAl alloys by synchrotron radiation", *Acta Materialia*, 58 (2010), 2408-2418.
- [38] E. Schwaighofer, B. Rashkova, H. Clemens, A. Stark, S. Mayer, "Effect of carbon addition on solidification behavior, phase evolution and creep properties of an intermetallic β -stabilized γ -TiAl based alloy", *Intermetallics* 46 (2014), 173-184.

Anhang A: TNM-Referenzproben

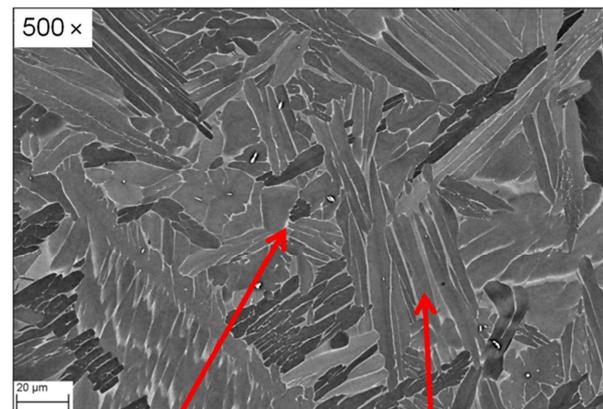
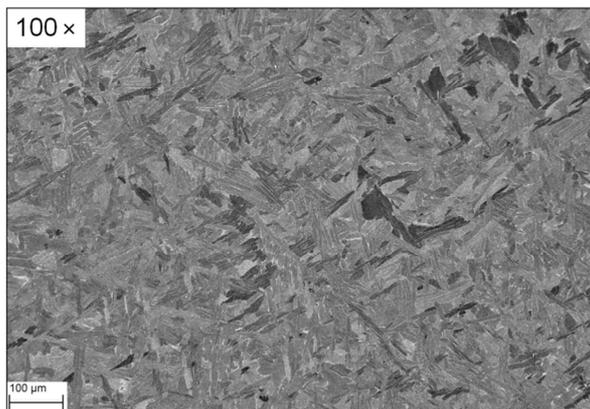
Glühung bei 1350 °C für 60 min und anschließendes OQ



β_0 α_2 : 51 %

Bei der $\beta \rightarrow \alpha$
Umwandlung
entstandene
Ungleichgewichts-
phase

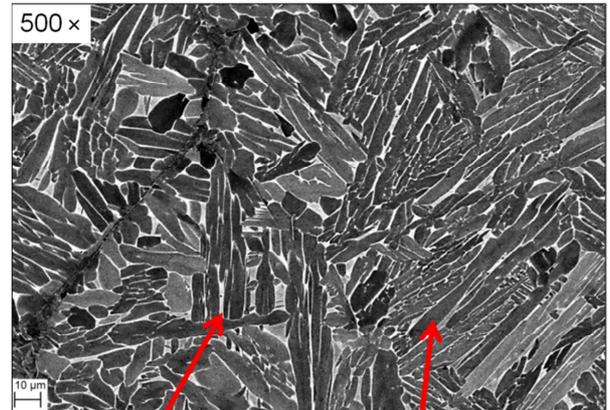
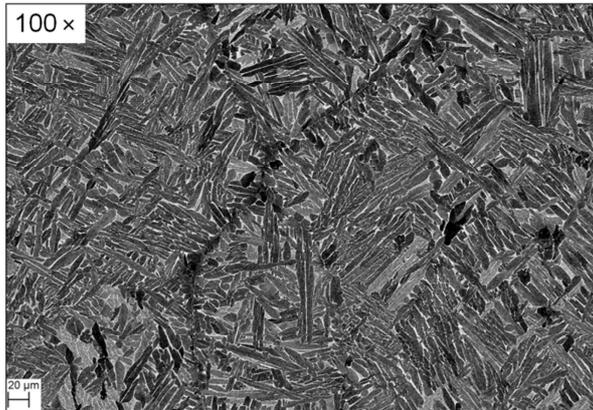
Glühung bei 1445 °C für 15 min und anschließendes OQ



β_0 : 6 %

Bei der $\beta \rightarrow \alpha$
Umwandlung
entstandene
Ungleichgewichts-
phase: 94 %

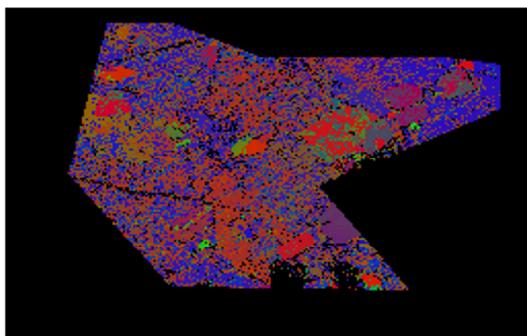
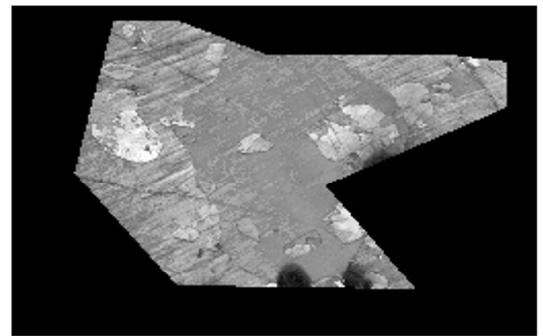
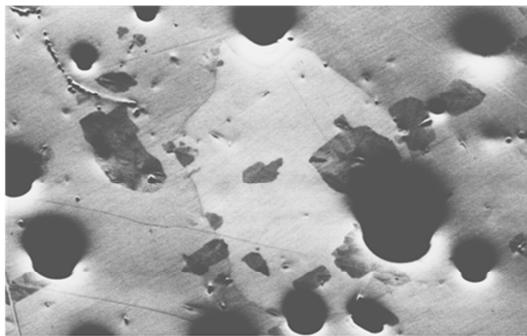
Glühung bei 1500 °C für 15 min und anschließendes OQ



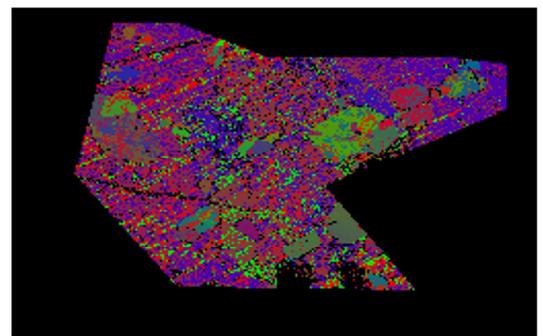
β_o : 6 %

Bei der $\beta \rightarrow \alpha$
Umwandlung
entstandene
Ungleichgewichts-
phase: 94 %

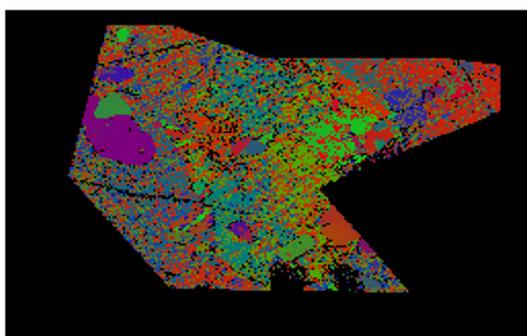
Anhang B: EBSD-Aufnahmen der MIM-TNB-V5 nach Glühung bei 1350 °C für 60 min und OQ + Anlassen bei 1000 °C für 60 min und AC



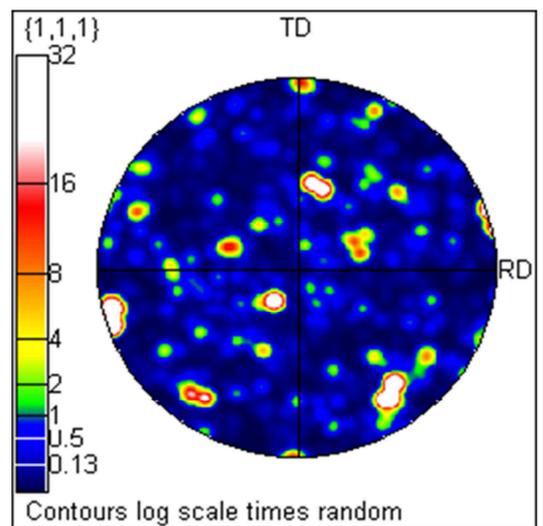
Sample Normal



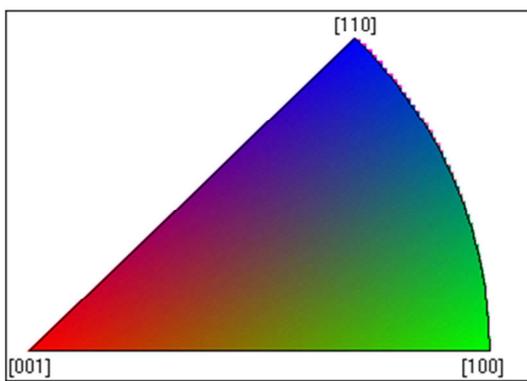
Rolling Direction

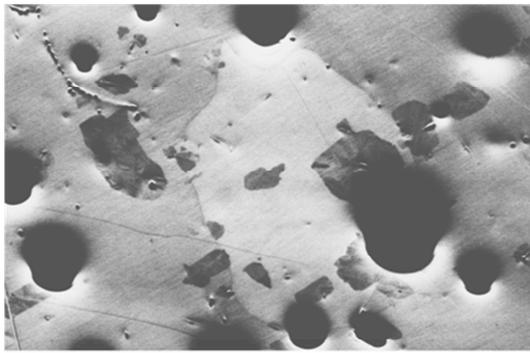


Transverse Direction

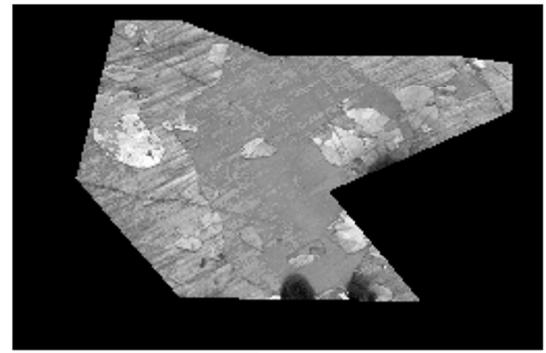


Selected phase is γ -TiAl

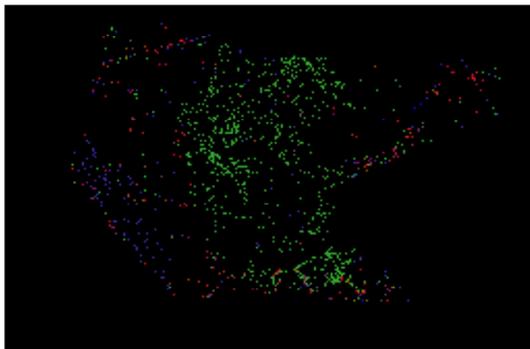




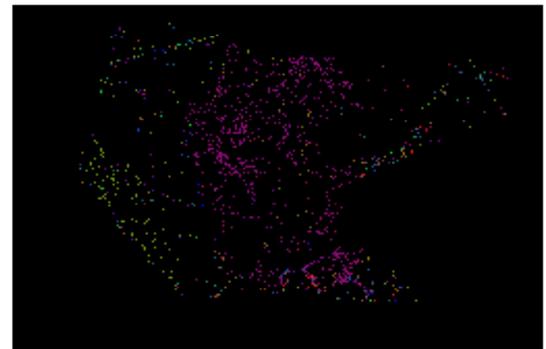
100µm



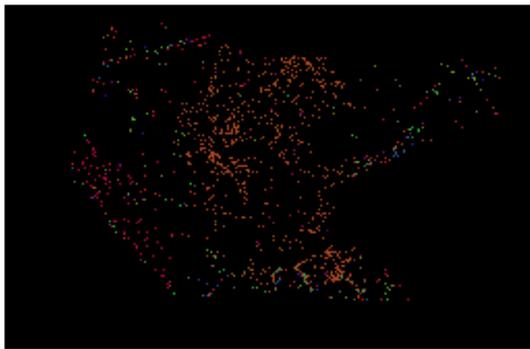
100µm



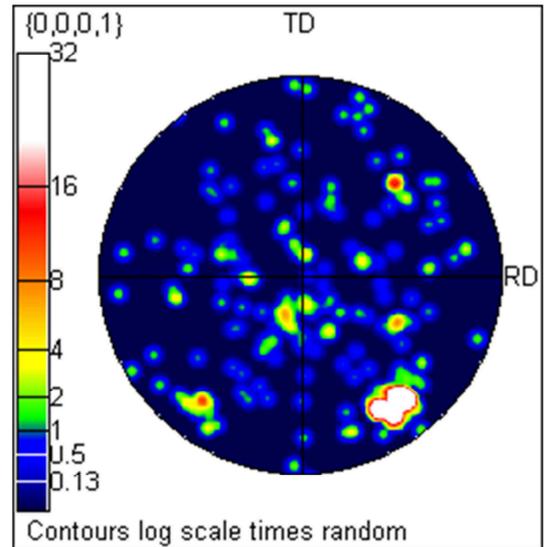
Sample Normal



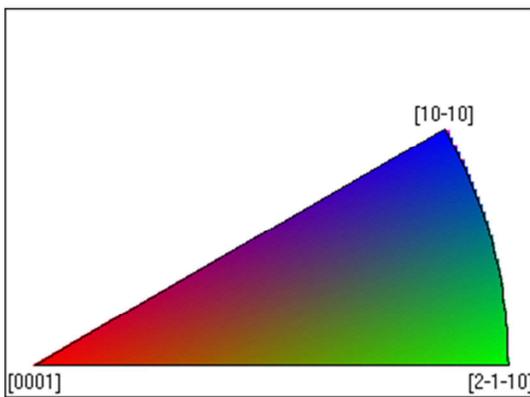
Rolling Direction

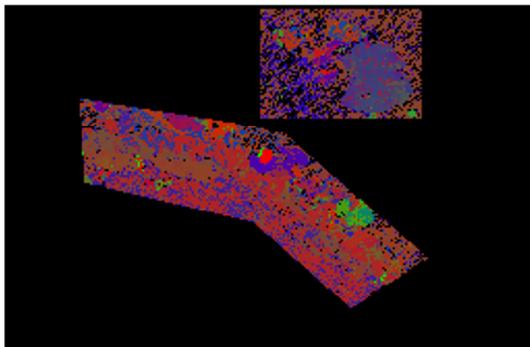
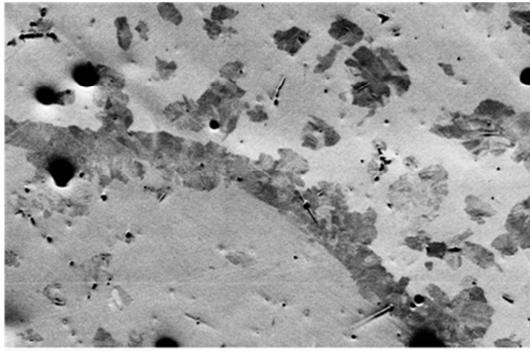


Transverse Direction

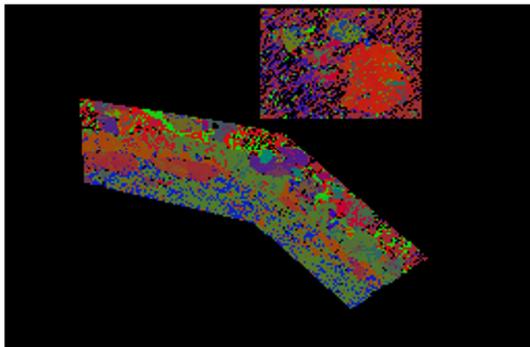


Selected phase is $\alpha_2\text{-Ti}_3\text{Al}$

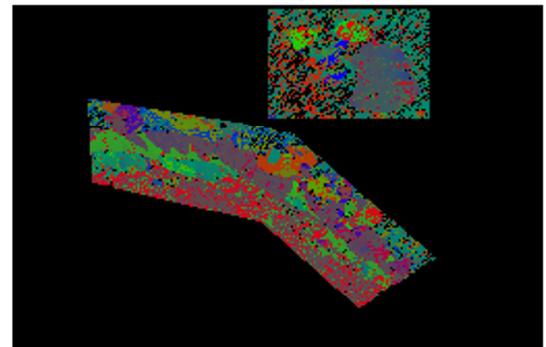
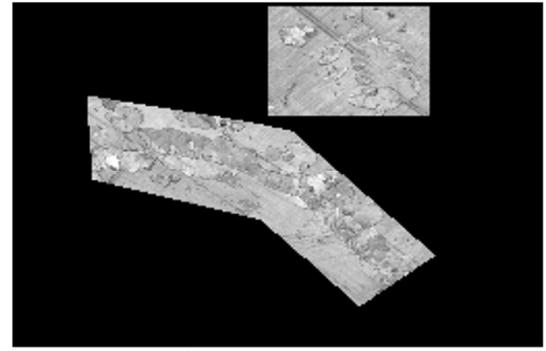
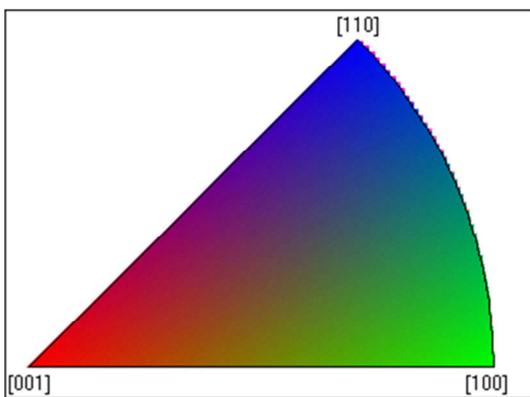




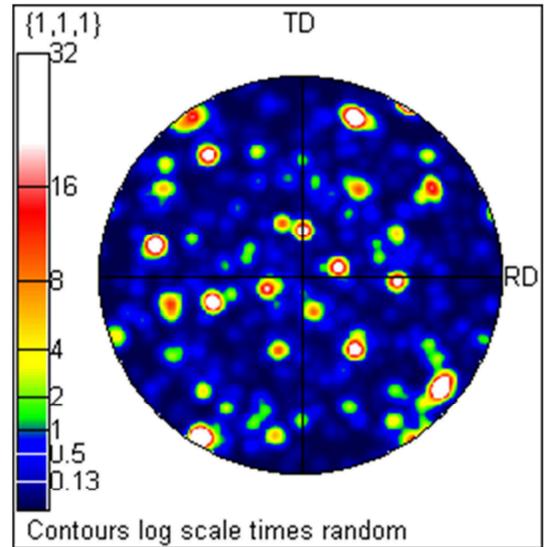
Sample Normal



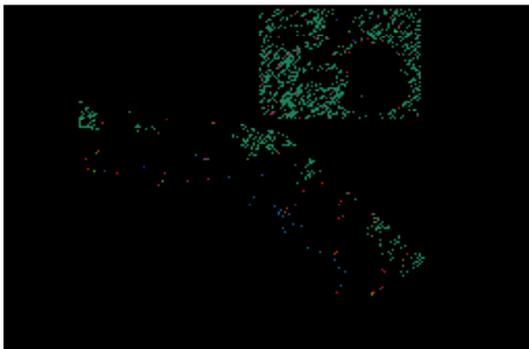
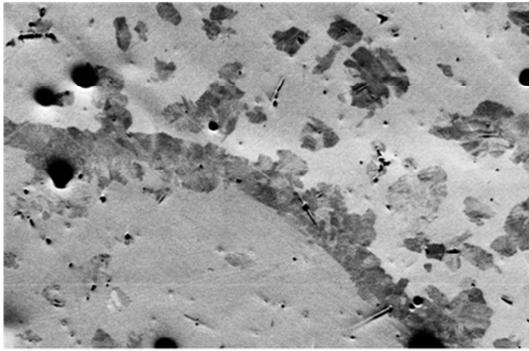
Transverse Direction



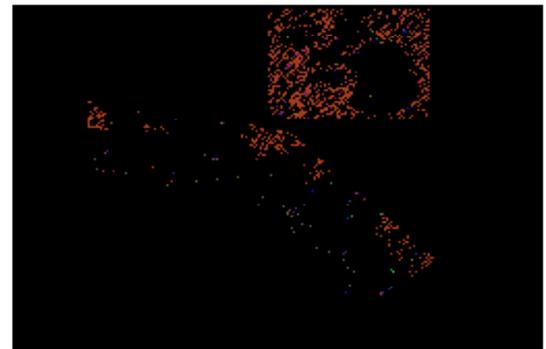
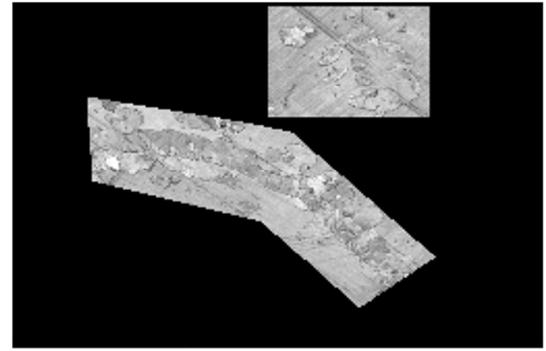
Rolling Direction



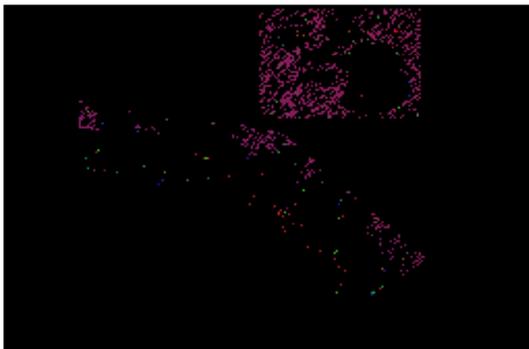
Selected phase is γ -TiAl



Sample Normal



Rolling Direction



Transverse Direction

