



Technische
Universität
Braunschweig

Institut für Werkstoffe



Wärmebehandlung

J. Hansen, S. Vodde, J. Veer, T. Stein

Wintersemester 17/18

Inhaltsverzeichnis

1	Titanwerkstoffe	4
1.1	Gefügemerkmale	4
1.1.1	Alpha-Phase	4
1.1.2	Beta-Phase	5
1.2	Gefüge	5
1.2.1	Lamellar	5
1.2.2	Martensit	6
1.2.3	Globular	7
1.3	Intermetallische Verbindungen	7
1.3.1	Alpha-Phasen	7
1.3.2	Beta-Phasen	8
1.4	Ti-6Al-4V	8
1.4.1	Legierungselemente und Verwendung	8
1.4.2	Mechanische Eigenschaften	9
1.4.3	Bi-Modal	9
2	Methodik	11
2.1	Intermetallische Verbindung	11
2.1.1	Alpha-Phasen	11
2.1.2	Beta-Phasen	11
2.2	Rasterelektronenmikroskopie	11
2.3	Wärmebehandlung	13
2.3.1	Temperaturkontrolle	13
2.3.2	Abkühlmedien	13
2.4	Anpassung der Gefüge durch Wärmebehandlung	13
2.4.1	Lamellar	13
2.4.2	Martensit	14
2.4.3	Bi-Modal	14
2.4.4	Globular	14
2.5	Auswertung der Proben	15
2.5.1	Probenpräparation	15
2.5.2	Härteprüfverfahren nach Vickers	16
2.5.3	Auszählverfahren	17
2.5.4	Zugversuch	18

3	Ergebnisse der Arbeit	20
3.1	Festigkeitssteigerung durch Martensitbildung	20
3.1.1	Abhangigkeit des Primar Alpha Anteils von der Gluh temperatur	20
3.1.2	Abhangigkeit der Harte vom Primaralphaanteil	21
3.1.3	Bewertung der Ergebnisse	21
3.2	Festigkeitssteigerung durch Auslagern des Vollmatensits	21
3.3	Festigkeitssteigerung durch Auslagern von Primaralpha und Martensit	21
3.3.1	1. Warmebehandlung	22
3.3.2	Ergebnisse 1. Warmebehandlung	23
3.3.3	2. Warmebehandlung	24
3.3.4	Ergebnisse 2. Warmebehandlung	26
3.4	Ergebnisse des Zugversuches	29
3.4.1	Ausgewahlte Warmebehandlungen	29
3.4.2	Erwartungen	29
3.4.3	Ergebnisse	29
4	Festigkeitssteigernde Mechanismen	31
4.1	Einfluss des Primaralpha-Anteils	31
4.1.1	Abnahme der Zugfestigkeit des Vollmartensites gegenuber dem $\alpha - \alpha'$ -Gefuge	32
4.2	Alterung des Martensits	34

1 Titanwerkstoffe

Dieses Kapitel behandelt die für Titan charakteristischen Eigenschaften. Es wird vorerst auf generelle Eigenschaften eingegangen und dann die der Legierung Ti-6Al-4V. Gefügemerkmale, intermetallische Verbindungen und die Eigenschaften der einzelnen Legierungselemente sind Teil dieses Kapitels.

1.1 Gefügemerkmale

Wie andere Metalle liegt Titan in verschiedenen Gittermodifikationen beziehungsweise Phasenzuständen vor. Der Zustand ist von der Temperatur und den vorliegenden Legierungselementen abhängig. Bei reinem Titan liegt zwischen 1668°C und 882°C ein kubisch raumzentriertes Kristallgitter vor. Diese Phase wird als Beta-Phase (β -Phase) bezeichnet. Bei 882°C erfährt Titan eine Phasenumwandlung zu einem hexagonalen Gitter. Diese Phasenumwandlungstemperatur wird als Betatransus-Temperatur bezeichnet und ist für jede Legierung unterschiedlich, denn die Legierungselemente haben Einfluss auf diese Temperatur. [6].

Das hexagonale Gitter wird als Alpha-Phase (α -Phase) bezeichnet. Wenn das Material langsam abgekühlt ist, liegt reines Titan bei Raumtemperatur nahezu vollständig als Alpha-Phase vor.

Dieses Gitter ist annähernd am dichtesten gepackt. Das Verhältnis in der Zelle ist etwas kleiner, als das in der ideal am dichtesten gepackten Zelle, c:a von Alpha-Titan liegt bei 1.586, wobei c und a die Längen innerhalb einer Zelle sind. Die perfekte hexagonale Zelle hat ein Verhältnis von 1.624 [6]. Je nach Aufbau der Zelle sind diese Längen unterschiedlich groß.

Die Phasenumwandlung zwischen Beta- und Alpha-Phase kann auch martensitisch erfolgen. Dabei muss das Material aus einer ausreichend hohen Temperatur abgeschreckt werden. Diese Temperatur wird als Martensitstart-Temperatur bezeichnet. Sie ist wie die Betatransus-Temperatur von den Legierungselementen abhängig.

1.1.1 Alpha-Phase

Die Alpha-Titan Phase ist durch eine hexagonale Gitterstruktur gekennzeichnet. Dadurch entsteht ein anisotropes Werkstoffverhalten in einem Korn beziehungsweise Einkristall. Ein Einkristall ist über ein homogenes, einheitliches Kristallgitter definiert. In einem Belastungsfall dieses Einkristalls ist das Werkstoffverhalten abhängig von der Belastungsrichtung im Verhältnis zur Gitterrichtung. Eine Kenngröße, die das elastische Verhalten eines Werkstoffes definiert, ist das Elastizitätsmodul:

$$E = \sigma * \epsilon \quad (1.1)$$

Das Elastizitätsmodul ist das Verhältnis zwischen der anliegenden Spannung σ und die dadurch resultierende Dehnung ϵ . Es wird in Pascal angegeben. Das Elastizitätsmodul E reicht je nach Verhältnis von minimal 100 GPa bis maximal 145 GPa.

Allerdings wird Titan sehr selten als Einkristall hergestellt, sodass die unterschiedliche Kornorientierung dafür sorgt, dass die Anisotropie der einzelnen Körner sich gegenseitig aufhebt. Somit

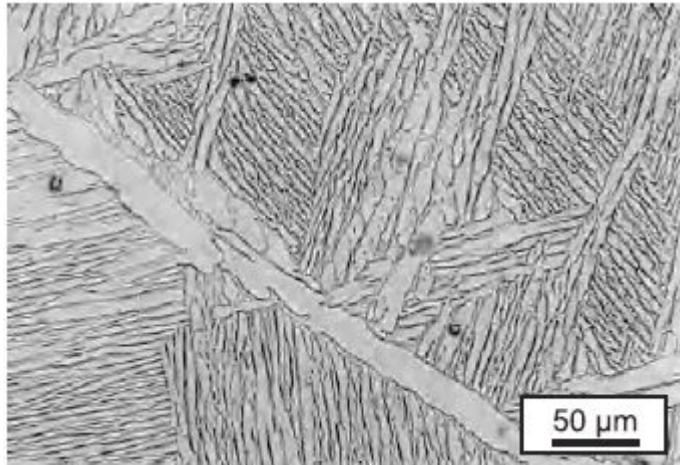


Abbildung 1.1: Volllamellares Gefüge [8]

kann man von einem isotropen Werkstoffverhalten ausgehen.

1.1.2 Beta-Phase

Eine Beta-Phase ist ein Gefüge mit einer kubisch raumzentrierten Gitteranordnung. Daraus resultiert ein homogenes Werkstoffverhalten.

Eine große Menge an Beta-Phase existiert in der Regel bei Raumtemperatur nur unter bestimmten Bedingungen. Sie kann als metastabile Phase auftreten, was bedeutet, dass das Material nicht vollständig den Phasenübergang abschließen konnte und so in dem Zustand aus höheren Temperaturen verblieben ist.

Durch Zusatz bestimmter Legierungselemente kann die β -Phase auch in größeren Mengen vorliegen. Dies wird im Kapitel "betastabilisierende Legierungselemente" näher erläutert.

1.2 Gefüge

Ausgehend von grundlegend verschiedenen Gefügen können diese durch Wärmebehandlung hinsichtlich ihrer mechanischen Eigenschaften optimiert werden. Eine Kombination aus mehreren Gefügeausprägungen können die Vorteile der einzelnen kombinieren. Dazu werden mehrstufige Wärmebehandlungen eingesetzt. Die Proben, die in dieser Arbeit verwendet werden, können nicht mehr rekristallisiert werden, sodass die verbleibenden Wärmebehandlungen auf Parameter wie Korngröße kaum Einfluss nehmen können. Das Gefüge ist somit von dem Ausgangsgefüge abhängig.

1.2.1 Lamellar

Lamellare Gefüge sind unabhängig von dem Ausgangsgefüge einstellbar. Sie entstehen aus einer Abkühlung aus dem β -Gebiet. Während des Abkühlens bilden sich in den Korngrenzen der β -Phase α -Bereiche, die in das β -Korn hinein wachsen. Die Alphabereiche wachsen erst in eine Richtung bevor sie ihre Dicke erhöhen. Je nach Abkühlgeschwindigkeit entstehen so dünne oder dickere Nadeln. Die Abbildung 1.1 zeigt ein beispielhaftes Gefüge, indem voll lamellare Strukturen zu sehen sind. Lamellare Gefüge werden auch als Widmannstättengefüge bezeichnet [6].

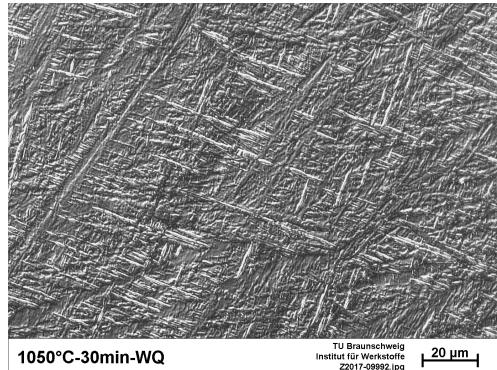


Abbildung 1.2: Vollmartensitisches Gefüge

1.2.2 Martensit

Der Martensit ist eine metastabile Phase, die unter bestimmten Umständen entstehen kann. Aufgrund von Diffusionsvorgängen während eines Glühvorganges verändert sich der Anteil an Legierungselementen innerhalb einer Phase. Dem entsprechend reichert sich die Betaphase mit Beta stabilisierenden Legierungselementen an. Ist diese Anreicherung zu groß, kann eine martensitische Umwandlung der Betaphase nicht stattfinden. Um diese Anreicherung zu regulieren, kann die Temperatur verwendet werden. Für eine Martensitbildung muss die Temperatur oberhalb der so genannten Martensitstart Temperatur liegen. Bei dieser wird eine zu große Anreicherung vermieden, da die Betaphase bei steigendem Volumenanteil eine geringere Konzentration an Beta stabilisierenden Legierungselementen besitzt. Die Martensitstart Temperatur sinkt, je höher die Konzentration an Beta stabilisierenden Elementen in der Phase ist, sodass sie unterhalb der Raumtemperatur liegen kann. Dann ist ein Erzeugen des martensitischen Gefüges nicht mehr möglich.

Neben der Glühtemperatur ist auch die Abkühlgeschwindigkeit entscheidend. Diffusionsvorgänge, die bei einer langsamen Abkühlung stattfinden, finden bei einer martensitischen Umwandlung nicht statt, da Abkühlgeschwindigkeiten von über 500 K/s durch eine Wasserabschreckung vorherrschen. Aufgrund der unterschiedlichen Gitterstrukturen der Alpha- und Betaphase kommt es so zu einem scherartigen, diffusionslosen Umklappvorgang von einem kubisch raumzentrierten Gitter zu einem hexagonalen Gitter. Anders als bei Stahl kommt es nur zu einer minimalen Gitterverzerrung, da es keine zwangsgelösten Elemente in der Martensit-Phase gibt, die eine Gitterverzerrung verursachen würden. Die entstehende Verzerrung resultiert ausschließlich aus der Umwandlung des Gitters. Das hexagonale Gitter besitzt eine andere Raumausdehnung als das kubisch raumzentrierte Gitter. Durch den Umklappvorgang wandelt sich das Gitter bei konstantem Volumen. Daraus resultiert eine geringe Verzerrung des Gitters [6]. Das charakteristische Martensitgefüge wie in Abbildung 1.2 resultiert aus dem Umwandlungsvorgang. Wie bei lamellaren Strukturen entstehen ausgehend von den ehemaligen Korngrenzen des Betakorns Nadeln, die in das Korn hineinwachsen. Im Gegensatz zu lamellaren Gefügen sind die Nadeln im Martensit wesentlich feiner [6].

Liegt eine bestimmte Konzentration an Beta stabilisierenden Elementen vor, verzerrt diese metastabil geslösten Elemente das Kristallgitter und es kommt zu einem eher orthorhombischen Gitter. Die ehemalige hexagonale Struktur des Martensits wird auch als α' bezeichnet, das orthorhombische Gitter als α'' [6].

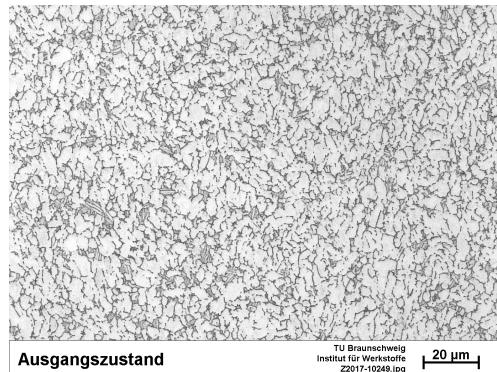


Abbildung 1.3: Globulares Gefüge

1.2.3 Globular

Globulare Phase besteht aus runden Alpha-Bereichen. Dieses Gefüge resultiert aus einer Rekristallisation. Die Größe der einzelnen Körner ist von der Versetzungsichte innerhalb des Gefüges vor der Rekristallisation abhängig. Nach einer Rekristallisation ist nur noch eine Zunahme der Korngröße realisierbar. Ausgehend aus diesem Gefüge lassen sich alle anderen Gefüge einstellen. In Abbildung 1.3 erkennt man ein solches Gefüge.

1.3 Intermetallische Verbindungen

Titanlegierungen können, wie alle anderen Metalllegierungen, intermetallische Verbindungen bzw. Phasen bilden. Der Gittertyp der Phase passt meist nicht zu den Gittertypen der einzelnen Komponenten [vgl. Domke (1986)]. Abhängig vom Gittertyp der Grundmatrix und der Verbindung, können kohärente, teilkohärente oder inkohärente Verbindungen entstehen. Die Grenzflächenenergie der kohärenten Teilchen ist gering. Sie verzerren das Kristallgitter nur etwas. Wachsen diese zu inkohärenten Teilchen heran, steigt die Grenzflächenenergie und das Kristallgitter wird stärker verzerrt. Bestimmte Titanlegierungen nutzen diese intermetallischen Phasen, um die mechanischen Eigenschaften auch bei höheren Temperaturen zu verbessern [vgl. G. Lütjering, J.C. Williams 2007]. Reines Titan kann keine intermetallischen Phasen bilden. Ausschlaggebend hierfür sind die Legierungselemente, die Alpha und Beta Stabilisatoren. Diese Phasen lassen sich wie die Stabilisatoren in Alpha und Beta Phasen aufteilen.

1.3.1 Alpha-Phasen

Mit steigendem Aluminium Äquivalent können sich intermetallische Titan-Aluminium-Phasen bilden, die bei Raumtemperatur beständig sind. Wie das Diagramm zeigt, beginnt dieser Vorgang bereits bei ca. 5% Aluminium. Das zwei Phasen Gebiet α Ti und Ti₃Al bildet sich. Für die meisten Titanlegierungen gilt jedoch der Richtwert von 6% Aluminium um Ti₃Al (α_2) Teilchen auszuscheiden. Die Ti₃Al Teilchen besitzen eine hexagonale Gitterstruktur wie das α Ti. Die Teilchen können die gleichen Gitterplätze besetzen und verzerren das Kristallgitter nur wenig. Sie sind kohärent. Werden noch größere Anteile Aluminium zum Titan legiert, kann sich TiAl (γ -TiAl) bilden. Diese Teilchen besitzen ein Tetragonales Kristallgitter. Werden Legierungen mit diesen beiden genannten Phasen erzeugt, entstehen sogenannte Titan-Aluminide [6].

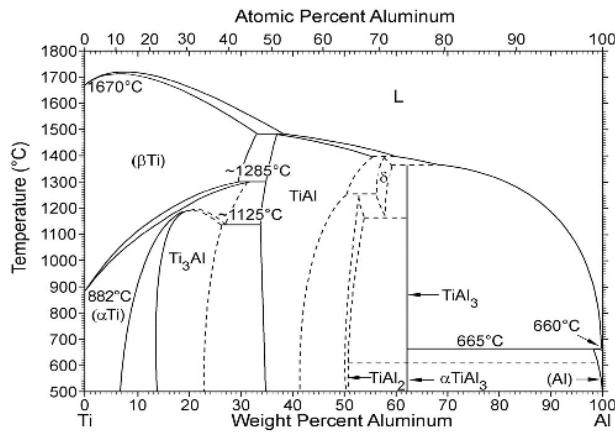


Abbildung 1.4: Titan Aluminium Phasendiagramm

Legierungszusatz	Fe	C	N	O	H
Gewichtsprozent nach DIN ISO 5832	0,3	0,08	0,05	0,02	0,15

Tabelle 1.1: Zusätzliche Legierungselemente einer Ti-64 Legierung nach DIN EN ISO 5832

1.3.2 Beta-Phasen

Intermetallische Beta-Phasen sind in Titanlegierungen unerwünscht, da sie die mechanischen Eigenschaften verschlechtern. Die isomorphen Stabilisatoren, wie Molybdän, Vanadium oder Niob, bilden in gewöhnlichen Legierungen keine intermetallischen Phasen. Ihre Legierungsanteile sind zu gering. Die eutektoiden Stabilisatoren, wie Chrom oder Eisen hingegen, bilden diese. TiFe und Ti₂Cr Phasen sollen in Titanlegierungen nicht entstehen [6].

1.4 Ti-6Al-4V

Im Mittelpunkt der Aufgabenstellung dieser Arbeit steht der Werkstoff Titan mit den Legierungszusätzen von 6 Gewichtsprozent Aluminium und 4 Gewichtsprozent Vanadium. Anders ausgedrückt: Titan-6Al-4V. Im Folgenden soll demnach ein wenig näher auf die Eigenschaften dieser Legierung eingegangen werden.

1.4.1 Legierungselemente und Verwendung

Titan 6Al-4V oder kurz Ti-64 ist die am häufigsten verwendete Titanlegierung weltweit. Sie wurde bereits in den 1950er Jahren entwickelt und zählt zu den am besten erforschten Titanlegierungen [8]. Ti-64 macht etwa 60% des in Europa und den USA produzierten Titans aus [11]. Durch seine Legierungselemente Aluminium als Stabilisator der Alpha-Phase und Vanadium als Beta stabilisierendes Element, lässt sich Ti-64 zu den Alpha + Beta Legierungen zählen. Die genaue Zusammensetzung von Ti-64 hängt vom Anwendungsbereich und der damit verbundenen Norm ab. Allen gemeinsam liegt aber der Namensgebende Anteil von 6% Aluminium und 4% Vanadium zugrunde. Nach DIN EN ISO 5832 sind zum Beispiel die in Tabelle 1.1 aufgeführten Legierungselemente bis zum angegebenen Anteil zulässig.

Die Hauptverwendung der Legierung liegt wie oben bereits erwähnt in der Luftfahrt. Hier kommt sie zum Beispiel als Material für Schaufeln im Fan oder Niederdruckverdichter vor [6, vgl. S. 250ff.].

Weiter findet man Anwendungen in der Medizintechnik. Hier werden gerade Implantate, von denen eine etwas höhere Festigkeit verlangt wird, nicht mehr aus "commercially pure (CP)" Titan sondern aus Ti-64 hergestellt. Das ist insbesondere bei Hüftimplantaten oder Schrauben der Fall [6, S. 400 f.].

1.4.2 Mechanische Eigenschaften

Die mechanischen Eigenschaften von Ti-64 hängen wie bei anderen Legierungen des Basiswerkstoffes Titans auch von der abschließenden Wärmebehandlung ab. In Abhängigkeit der durchgeführten Wärmebehandlung schwanken die Angaben in der Literatur. Die für Titan typischen positiven Materialeigenschaften wie die Beständigkeit gegenüber korrosiven Medien, hohe Festigkeiten bei geringem Gewicht und eine exzellente Dauerschwingfestigkeit behält die Legierung jedoch bei. Die Betatransus-Temperatur steigt gegenüber der von CP-Titan von ungefähr 882°C [6, s. 23] und liegt für Ti-64 zwischen 985°C und 1000°C. Sie wird meist mit 995°C und einer Genauigkeit von 10°C angegeben [10] [12]. Die Betatransus-Temperatur bildet einen zentralen Bezugspunkt für die Einstellung eines Gefüges. Durch seine Legierungselemente ist Ti-64 in der Lage bei Raumtemperatur sowohl in Alpha- als auch Beta-Phase aufzutreten. Ein mögliches Gefüge stellt hierbei das Bi-modal- oder Duplexgefüge dar. In Kombination mit einem bis über 200 Stunden andauerndem Auslagern lässt sich hier zusätzlich eine Ausscheidung von Titanaluminiden herbeiführen. Das Bi-modal-Gefüge in Kombination mit feinsten Ti₃Al Ausscheidungen verbessert gerade, die schlechten Impact-Eigenschaften von Ti-64 [5]. Die schlechten Impact-Eigenschaften sind auf die Bildung adiabater Scherbänder zurück zu führen. Unter hohen Verformungsgeschwindigkeiten kommt es dann in Kombination mit der schlechten Wärmeleitfähigkeit von Titan zu einem schlagartigen Versagen des Werkstoffes. Ein weiteres mögliches Gefüge stellt das lamellare Gefüge dar. Als lamellare Gefüge versteht man Gefüge, in denen Alpha- und Beta-Phase in feinen Streifen wie in Abschnitt 1.2.1 beschrieben nebeneinander liegen. Die Festigkeit von lamellaren Gefügen hängt maßgeblich von der Größe paralleler lamellarer Bereiche und der Alpha-Lamellenbreite ab. Eine geringe Alpha-Lamellenbreite verspricht hierbei für Ti-64 eine hohe Festigkeit [Mk5]. Einstellen lassen sich lamellare Gefüge durch ein langsames Abkühlen von oberhalb der Martensit Start-Temperatur. Die Martensit-Start-Temperatur liegt für Ti-64 bei ca. 800°C [2]. Ebenfalls sind auch Gefüge möglich, bei denen nur ein Teil als Martensit vorliegt. Ein Beispiel dafür stellt ein ($\alpha - \alpha'$) Gefüge dar. Bei diesem liegt die Alpha-Phase bei Raumtemperatur vor, die Beta-Phase aber hat durch Abschrecken martensitisch umgewandelt. Auch wenn diese nicht mehr zu den lamellaren Gefügen gezählt wird, lassen sich durch diese Gefüge Form erhebliche Festigkeitssteigerungen erzielen. Die Aufgabenstellung dieser Arbeit sieht vor die Zugfestigkeit von Ti-64 im Hinblick auf eine Verwendung als Triebwerksmaterial zu optimieren. Möglichst hohe Festigkeiten lassen sich dabei mit allen oben aufgezeigten Gefügen erreichen. Einen Überblick gibt Tabelle 1.4.2.

1.4.3 Bi-Modal

Bi-Modal-Gefüge (Duplex-Gefüge) sind durch globularer α -Phase und Lamellen aus α - und β -Phase gekennzeichnet. Es resultiert meist aus einer geglühten Probe. In Abbildung 1.5 ist ein solches Gefüge zu erkennen.

Gefüge	Dehngrenze [MPa]	Zugfestigkeit [MPa]	Bruchdehnung [%]
bi-modal	970-170	1050-1130	10-12
α, α'	800-1100	900-1200	3-8
Lamellar	800-1100	900-1200	13-16
Allgemein	800-1100	900-1200	13-16

Tabelle 1.2: Werkstoffkennwerte für verscheide Gefüge

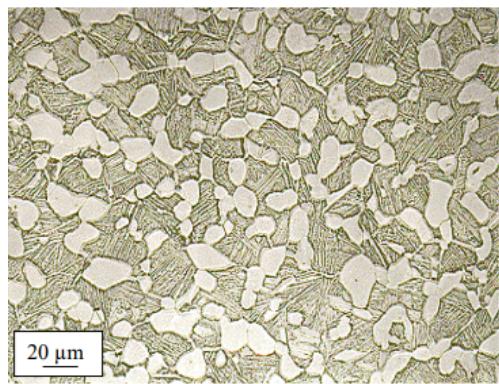


Abbildung 1.5: Bi-Modal-Gefüge [3]

2 Methodik

2.1 Intermetallische Verbindung

Titanlegierungen können, wie alle anderen Metalllegierungen, intermetallische Verbindungen bzw. Phasen bilden. Der Gittertyp der Phase passt meist nicht zu den Gittertypen der einzelnen Komponenten [vgl. Domke (1986)]. Abhängig vom Gittertyp der Grundmatrix und der Verbindung, können kohärente, teilkohärente oder inkohärente Verbindungen entstehen. Die Grenzflächenenergie der kohärenten Teilchen ist gering. Sie verzerren das Kristallgitter nur etwas. Wachsen diese zu inkohärenten Teilchen heran, steigt die Grenzflächenenergie und das Kristallgitter wird stärker verzerrt.

Bestimmte Titanlegierungen nutzen diese intermetallischen Phasen, um die mechanischen Eigenschaften auch bei höheren Temperaturen zu verbessern [6].

Reines Titan kann keine intermetallischen Phasen bilden. Ausschlaggebend hierfür sind die Legierungselemente, die α - und β -Stabilisatoren. Diese Phasen lassen sich wie die Stabilisatoren in α - und β -Phasen aufteilen.

2.1.1 Alpha-Phasen

Mit steigendem Aluminium Äquivalent können sich intermetallische Titan-Aluminium-Phasen bilden, die bei Raumtemperatur beständig sind. Wie das Diagramm zeigt, beginnt dieser Vorgang bereits bei ca. 5 % Aluminium. Das zwei Phasen Gebiet α Ti und Ti₃Al bildet sich. Für die meisten Titanlegierungen gilt jedoch der Richtwert von 6 % Aluminium um Ti₃Al (α 2) Teilchen auszuscheiden. Die Ti₃Al Teilchen besitzen eine hexagonale Gitterstruktur wie das α Ti. Die Teilchen können die gleichen Gitterplätze besetzen und verzerren das Kristallgitter nur wenig. Sie sind kohärent. Werden noch größere Anteile Aluminium zum Titan legiert, kann sich TiAl (γ -TiAl) bilden. Diese Teilchen besitzen ein Tetragonales Kristallgitter. Werden Legierungen mit diesen beiden genannten Phasen erzeugt, entstehen sogenannte Titan-Aluminide [6, vgl.].

2.1.2 Beta-Phasen

Intermetallische Beta-Phasen sind in Titanlegierungen unerwünscht, da sie die mechanischen Eigenschaften verschlechtern. Die isomorphen Stabilisatoren, wie Molybdän, Vanadium oder Niob, bilden in gewöhnlichen Legierungen keine intermetallischen Phasen. Ihre Legierungsanteile sind zu gering. Die eutektoiden Stabilisatoren, wie Chrom oder Eisen hingegen, bilden diese. TiFe und Ti₂Cr Phasen sollen in Titanlegierungen nicht entstehen [6].

2.2 Rasterelektronenmikroskopie

Das Rasterelektronenmikroskop (REM) bietet eine bessere Auflösung und eine größere Vergrößerung, als das Auflichtmikroskop. Es können Vergrößerungen von bis 100000 x erreicht werden. Die Auflösung liegt bei wenigen Nanometer. Durch eingebaute Detektoren am REM können bestimmte analytische Methoden zusätzlich durchgeführt werden. Dies ist hilfreich für Auswertung

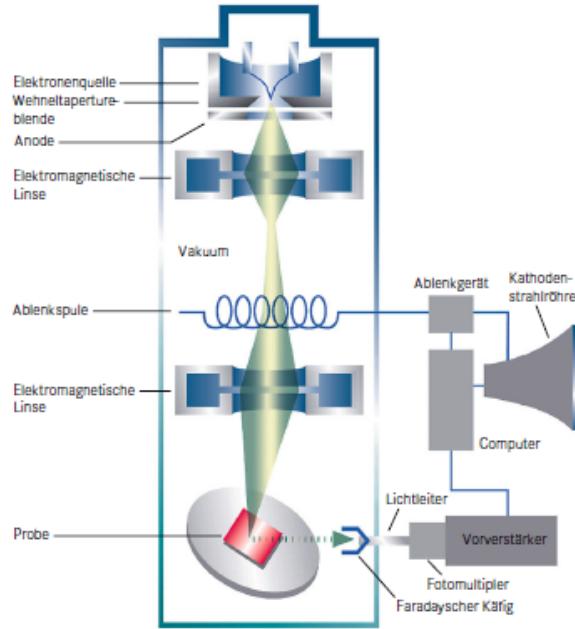


Abbildung 2.1: Aufbau eines Rasterelektronenmikroskops

der Proben. Eine Wolframdraht oder ein Lanthanhexaborideinkristall (LaB_6) dient als Elektronenquelle. Die Elektronen werden emittiert und mittels Beschleunigungsspannung in Richtung Anode abgelenkt. Je nach Auflösung kann die Spannung zwischen 200V und 50kV liegen. Elektromagnetische Linsen bündeln die Elektronen in einem Strahl und lenken ihn auf die Probe. Mit einer Anblenkspule kann der Strahl über die Probe geführt werden 2.1.

Die Elektronen gelangen auf die Probeoberfläche und es entstehen Wechselwirkungen zwischen den Strahlelektronen und den Atomen der Probenoberfläche. Die zwei wichtigsten Erscheinungen sind hierbei die Rückstreuerelektronen (RE) und die Sekundärelektronen (SE). Die Strahlelektronen werden durch die Atomkerne in der Probe abgelenkt und verlieren an Energie. Diese Energie wird in Form der Röntgenbremsstrahlung frei. Die dabei teilweise zurückgeworfenen Elektronen werden als RE bezeichnet. Der Streuprozess zwischen den Strahlelektronen und den Elektronen in den Atomschalen, führt zu SE. Die hierbei entstehende Röntgenstrahlung, ist die charakteristische Röntgenstrahlung. Die Elektronen in den Atomschalen werden von den Strahlelektronen herausgeworfen. Die Schale ist ionisiert. Diese freien Plätze werden durch andere Elektronen besetzt. Die dabei freiwerdende Energie wird in Form von Röntgenstrahlung emittiert. Verlassen RE die Probe können zusätzlich SE entstehen. Die SE und RE dienen nun der Bilderzeugung. Die Elektronen werden mit jeweils unterschiedlichen Detektoren erfasst. Die Spannung, die aus dem Detektorimpuls erzeugt wird, gelangt zur Kathodenstrahlröhre. Werden viele Elektronen erfasst, steigt die Spannung und der Bildpunkt erscheint hell. Die einzelnen Bildpunkte werden nun durch das „abastern“ der Oberfläche erzeugt. Heutzutage erfolgt die Bildherstellung digital. [vgl. Romeis Mikroskopische Technik (2015)]. Gute Bildergebnisse können nur durch eine sorgfältige Probepräparation entstehen. Die Oberflächen müssen sauber sein. Die Proben sollten vor der Analyse im Ultraschallbad gereinigt werden. Zudem muss die gesamte Probe elektrisch leiten. Eingebettete

Proben können nicht verwendet werden. Der Kunststoff nimmt die Elektronen auf und würde den Elektronenstrahl ablenken. Als alternative kann eine leitende Gold oder Silberschicht aufgebracht werden.

2.3 Wärmebehandlung

Die Wärmebehandlung nach der Rekristallisation ist die letzte Methode, um das Gefüge des Titans einzustellen. Hierbei kommt es auf Parameter wie Temperatur, Haltezeit und Abkühlmethode an. Um die bereits erwähnten Gefüge zu realisieren, ist eine spezifische Abfolge von einer beziehungsweise mehreren Stufen einer Wärmebehandlung nötig. Die grundlegenden Behandlungen werden in diesem Kapitel behandelt, die speziellen, mehrstufigen, soweit relevant, im dritten.

2.3.1 Temperaturkontrolle

Für die Temperaturkontrolle innerhalb der Wärmebehandlung kommt ein Ofen zum Einsatz. Dieser kann bis zu Temperaturen deutlich oberhalb der Betatransus Temperatur aufheizen und diese mit einer Genauigkeit von drei Kelvin halten. So kann der Temperaturbereich, der für die Wärmebehandlungen wichtig ist, eingestellt werden. Dieser liegt zwischen Raumtemperatur und 50°C - 100°C oberhalb der Betatransus Temperatur. Der Ofen ist außerdem für die insoweit bedeutende Aufheizgeschwindigkeit verantwortlich.

2.3.2 Abkühlmedien

Durch Abkühlmedien werden bestimmte Abkühlgeschwindigkeiten realisiert. Für langsamere Abkühlungen als in der Luft wird der Ofen genutzt. Hier kann die Temperatur beliebig langsam reduziert werden. Ein weiterer Vorteil des Ofens ist, dass die Probe auf eine bestimmte Temperatur herunter gekühlt werden kann. Dies ist für mehrstufige Wärmebehandlungen wichtig, bei denen eine Abkühlung auf Raumtemperatur zwischen den Schritten vermieden werden soll.

Da der Ofen nicht überaus schnell abkühlen kann, wird zur schnelleren Abkühlung Luft mit Raumtemperatur verwendet. Durch den höheren Temperaturgradienten im Verhältnis zum Ofen wird so die Abkühlung beschleunigt.

Um noch schnellere Abkühlungen zu realisieren, wird Wasser oder Öl verwendet. So werden zum Beispiel Abkühlgeschwindigkeiten für eine Martensitbildung ermöglicht.

2.4 Anpassung der Gefüge durch Wärmebehandlung

Das Anpassen der Gefüge ist das Ziel jeder Wärmebehandlungen. So werden Werkstoffeigenschaften gezielt für den jeweiligen Anwendungsfall optimiert, denn bestimmte Gefüge, mit bestimmten Mechanischen Eigenschaften, folgen aus bestimmten Wärmebehandlungen. Diese Einstellung hat bestimmte Grenzen. Korngrößenreduzierung ist nicht möglich, sodass eine Behandlung mit Kornwachstum nicht Rückgängig gemacht werden kann. Eine derartige Behandlung sollte somit mit bedacht gewählt werden, da gewöhnlich die Festigkeit durch Kornwachstum abnimmt.

2.4.1 Lamellar

Rein lamellare Strukturen folgen aus einer Abkühlung aus dem Beta-Gebiet. In dem Phasendiagramm aus Abbildung 2.2 ist erkennbar, dass oberhalb der Betatransus Linie das Material in einem Einphasenfeld liegt und somit bei einer moderaten Abkühlung vollständig in lamellare Phase um-

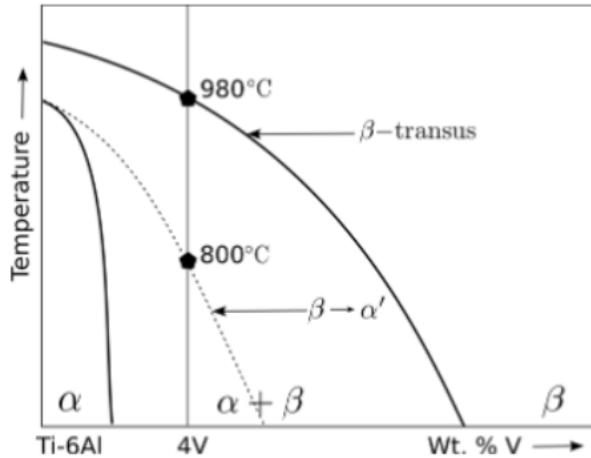


Abbildung 2.2: schematisches Phasendiagramm Ti-6Al-4V [1]

wandelt. Wird die Glühtemperatur unterhalb der Betatransus Temperatur gewählt, ist das Material in einem Zweiphasengebiet. So können unterschiedliche Alphagehalte eingestellt werden, so dass eine Kombination aus Alpha-Phase und Alpha+Beta-Phase entsteht. Das so eingestellte Alpha-Gefüge wird auch als Primäralpha bezeichnet.

Je nach Feinheit der Platten hat das Gefüge positive oder negative Eigenschaften bezüglich der Festigkeit. Fein lamellare Platten sorgen für eine Zunahme der Festigkeit und grobe Platten für eine Abnahme. Dies ist durch die unterschiedliche Grenzflächendichte zu erklären, denn die hohe Anzahl an Körnern behindert den Versetzungsfortschritt. Bei großen lamellaren Platten ist es für die Versetzung deutlich einfacher, durch das Bauteil zu wandern.

2.4.2 Martensit

Martensit entsteht mit Glühtemperaturen höher als die Martensitstart-Temperatur, folgend aus einer Wasserabschreckung. Wie bei lamellaren Gefügen kann auch eine Kombination aus Primärem Alpha und Martensit erfolgen, indem die Glühtemperatur im 2-Phasengebiet gewählt wird. Wie hoch die Temperatur gewählt wird, entscheidet über den Primäralpha-Phasenanteil.

2.4.3 Bi-Modal

Diese Strukturen bestehen aus einer Kombination von Primär-Alpha und lamellaren Strukturen aus Alpha und Beta in den ehemaligen Betakörnern. Dies lässt sich durch eine Wärmebehandlung einstellen, in der die Glühungstemperatur unterhalb der Betatransus-Temperatur liegt. Die Temperatur entscheidet über die Ausprägung der primären Alphakörper. Aus dem Phasendiagramm aus Abbildung 2.2 erklärt sich, dass, je höher die Glühungstemperatur ist, desto geringer ist der primäralpha-Gehalt in dem resultierenden Gefüge. Die Abkühlgeschwindigkeit entscheidet über die Breite der während des Abkühlvorgangs entstehenden Lamellen [6].

2.4.4 Globular

Wie in Kapitel eins bereits erwähnt, lässt sich ein globulares Gefüge nur durch eine Rekristallisierung ermöglichen. Es ist hierbei wichtig, dass das Material langsam abgekühlt wird, sodass sich die Alphakörper bilden können, ohne dass sich ein Bi-Modal Gefüge einstellt [6].

2.5 Auswertung der Proben

2.5.1 Probenpräparation

Im Folgenden soll auf die Probenpräparation im Anschluss an die Wärmebehandlung im Ofen eingegangen werden. Ziel der Präparation ist das Erhalten einer, für die Lichtmikroskopie oder andere Auswertungsverfahren geeignete Oberfläche zu schaffen.

Trennen

Um sicher zu gehen bei der präparierten Ebene nicht in den Alpha-Case zu blicken, wird jede Probe zuerst in zwei Teile getrennt. Der Alpha-Case entsteht bei der Wärmebehandlung in den Randschichten und stellt eine Veränderung des Gefüge-Aufbaus dar. Diese Veränderung besteht nur in den Randschichten und ist für die weitere Auswertung im Vergleich mit dem restlichen Querschnitt der Probe von geringerer Wichtigkeit (Vgl. Kapitel Alpha-Case). Das Trennen der Probe geschieht auf einer Trennmaschine vom Modell CUTO 20 der Firma JeanWirtz. Die Schnittebene wird dabei so gewählt, dass die zylindrische Probe senkrecht zur Kreisfläche geteilt wird. Geschnitten wird unter anhaltender Kühlung. Die Kühlung soll eine Veränderung des Gefüges im Bereich der Schnittebene durch zu hohe Temperaturen verhindern. Da die Maschine über keinen automatischen Vorschub verfügt, ist ein gleichmäßiger Vorschub durch einheitliches Kurbeln zu erreichen. Sollten durch den Trennprozess Grate an der Probe entstehen sind diese zu entfernen.

Einbetten

Um die Proben später in einer geeigneten Schleif- und Poliermaschine weiter präparieren zu können müssen die Proben auf ein bestimmtes Maß gebracht werden. Das geschieht über das Einbetten der Probe in einen Polymerkörper, welcher anschließend in den Träger der Poliermaschine passt. Zum Einbetten werden grundsätzlich zwei Verfahren verwendet. Beim Warmeinbetten wird ein unter Druck und Temperatur aushärtender Kunststoff verwendet. Beim Kalteinbetten kommt ein Einbettmittel auf Epoxid- oder Acrylbasis zum Einsatz. Diese Einbettmittel bieten den Vorteil der geringen Temperatur beim Aushärten, schmiegen sich aber schlechter an die eigentliche Probe an und haben teilweise eine hohe Aushärtedauer. Da im Rahmen dieser Arbeit keine temperaturempfindlichen Gefügestrukturen wie zum Beispiel Gamma-Titan eingestellt werden sollen, reicht hier ein Warmeinbettverfahren aus. Dabei wird die Warmeinbett presse "SimpliMet 3000" der Firma Bühler verwendet. Die Probe wird mit der zu betrachtenden Seite nach unten auf den Stempel der Maschine gelegt und mit dem Einbettmedium eingedeckt. Als Einbettmedium wird an der Probe Epomet verwendet, das gut an der Probe haftet. Das Risiko von Lücken zwischen Einbettmedium und Probe wird so minimiert. Ist die Probe bedeckt wird Bakelite verwendet um eine ausreichende Höhe der eingebetteten Probe zu erhalten. Das Einbetten geschieht unter 200 bar Druck und einer Temperatur von 180°C. Die Probe heizt auf, wird 2 Minuten gehalten und wird dann innerhalb von 5 Minuten abgekühlt. Die Abkühlung erfolgt durch das Gerät mittels Abschreckung im Wasser.

Schleifen

Das Schleifen erfolgt zunächst per Hand auf 240er Schleifpapier um den gesamten Querschnitt der Probe aus dem Einbettmedium freizulegen. Alle Schleifstufen erfolgen nass. Das Wasser dient als Kühl und Schmierstoff und verlängert die Lebensdauer der Schleifkörper gerade auf die Dauer eines Schleifgangs. Das Schleifpapier nach einem Schleifgang ist folglich zerschlissen und muss

Körnung	240	320	600	800	1200	2500
Schleifdauer [min]	0.5	1	2	2.5	3	3.5

Tabelle 2.1: Schleifdauer der einzelnen Schleifstufen

ausgetauscht werden. Der Grund hierfür liegt in der hohen Härte des Titans. Geschliffen wird im Anschluss auf einem Schleifautomat Modell Bühler Phoenix 4000. Dabei wird mit einem Anpressdruck von 8-10N und 150 Umdrehungen pro Minute im Gegenlauf geschliffen. Es erfolgen 4 Schleifgänge mit feiner werdender Körnung des Schleifpapieres. Die Schleifgänge erfolgen nach der Tabelle 2.1. Nach jedem Schleifgang können sich noch Schleifkörner der vorherigen Körnung auf der Probe befinden. Diese Körner könnten dann im nächsten Schleifgang zu Kratzern auf der Oberfläche führen, welche in der feineren Schleifstufe nicht mehr entfernt werden können. Aus diesem Grund sind die Proben nach jedem Schleifgang für drei Minuten im Ultraschallbad mit Seifenwasser zu reinigen und anschließend abzuspülen.

Polieren

Im Gegensatz zu einigen anderen Werkstoffen wie zum Beispiel Stahl, kann bei Titan auf Vorpolyerstufen verzichtet und direkt mit der Endpolierstufe begonnen werden. Die Endpolierstufe erfolgt in 5min Gegen- und anschließender 2 min Gleichlaufpolitur. Poliert wird mit einer OPS Politur für die Endpolierstufe und destilliertem Wasser. Die Polierkörner dieser Lösung haben eine mittlere Korngröße von ca. 50 nm. Um den Verbleib dieser Körner in ausreichender Zahl auf der Polierscheibe zu sichern, sind jede Minute einige Tropfen der OPS Politur nachzugeben. Nach einem Poliergang sind die Proben 3 Minuten in Ethanol im Ultraschallbad zu reinigen. Um Ablagerungen auf der Probe zu minimieren werden die Proben anschließend mit Ethanol gereinigt und mit einem Heißluftföhn die restliche Flüssigkeit von der Probe geföhnt.

Ätzen

Das Ätzen erfolgt mithilfe eines Ätzmediums nach Kroll [3 ml HF, 6 ml HNO₃, 100 ml H₂O]. Da die Lösung Flusssäure enthält ist dieser Schritt von geeignetem Personal durchzuführen. Die Probe verbleibt im Falle von Gefügen mit Alpha- und Beta-Phasenanteilen für sechs Sekunden im Ätzmedium und wird anschließend unter Wasser abgewaschen. Bei Proben mit rein martensitischen Gefügen wurde der Verbleib im Ätzmedium auf zehn Sekunden ausgedehnt um bei der späteren Mikroskopie bessere Kontraste zwischen den einzelnen Martensitplatten zu erhalten. Waren im Verlaufe dieser Arbeit Gefüge mit Ti₃Al Anteilen eingestellt wurden, hätte ein anderes Ätzmedium verwendet werden müssen.

2.5.2 Härteprüfverfahren nach Vickers

Die im Rahmen dieser Arbeit durchgeföhrten Härteprüfungen erfolgen alle nach dem Verfahren nach Vickers. Das Verfahren nach Vickers eignet sich besonders für Laborprüfungen, da mit ihm sowohl niedrige als auch hohe Härten ermittelt werden können. Um den Härtewert einer Probe zu ermitteln wird ein LECO LV 100AT verwendet. Der Härtewert einer Probe wird durch die Auswertung von 5 Eindrücken ermittelt. Die Eindrücke werden dabei auf einer Geraden gleichmäßig auf der Probe verteilt. Dabei ist darauf zu achten ausreichend Abstand zum Rand zu halten. Das passiert um die Messung nicht durch einen Eindruck im spröden Alpha-Case der Randschicht zu

verfälschen. Aus Erfahrungen hat sich gezeigt, dass ein Abstand zum Rand und zwischen den Eindrücken mindestens den dreifachen mittleren Durchmesser der zu erwartenden Eindrücke aufweisen sollte. Erzeugt werden die Eindrücke unter einer Prüfkraft von 10 Kilopond was etwa 98,1 Newton entspricht, sodass an den ermittelten Härtewert ein HV₁₀ angehängt wird. Der Härtewert HV selbst ergibt sich als Quotient der aufgebrachten Prüfkraft F und dem Mittelwert der Diagonalen d des quadratischen Prüfeindrucks nach Formel 2.1.

$$HV = \frac{0.102F * 1.8544}{d^2} \quad (2.1)$$

Durch die verwendete Prüfapparatur, das verwendete Messverfahren nach Vickers und die aufgebrachte Prüfkraft, kann von einer Ungenauigkeit der ermittelten Härtegrade von 3% ausgegangen werden. Da die in dieser Arbeit ermittelten Härtegrade im Bereich von 320-360 HV₁₀ liegen, soll vereinfacht eine Abweichung von 10 HV₁₀ angenommen werden. Abschließend sei erwähnt, dass nach Matthew J. und Donachie Jr. [Mk2] zwischen Härtegrad und Zugfestigkeit bei Titanwerkstoffen lediglich eine sehr schlechte Korrelation herrscht. Nichts desto trotz lässt die Ermittlung des Härtegrades eine grobe Schätzung auf die Zugfestigkeit zu. Um eine endgültige Aussage über die Festigkeit des Titans nach der Wärmebehandlung treffen zu können ist ein geeigneter Werkstofftest wie ein Zugversuch durchzuführen.

Exemplarisch für die Bestimmung der Zugfestigkeit aus der Vickershärte, seien im Folgenden zwei Möglichkeiten aufgezeigt. Eine Diskussion dieser Formeln und der nach Matthew J. und Donachie Jr. schlechten Korrelation von Zugfestigkeit und Härte in Titan soll an spätere Stelle stattfinden. Nach Ulrich Zwickert gilt für die Zugfestigkeit σ_B folgende Gleichung:

$$\sigma_B = \alpha * HV \quad (2.2)$$

Der Vorfaktor α wird hierbei zwischen 0,31 und 0,35 angegeben. Wichtig ist auch, dass Zwickert von Härtegraden HV₃₀ ausgeht. Ebenfalls soll die Gleichung nur bei Zugfestigkeiten von 882 MPa bis 1226 MPa gelten. [13, S. 202f.]. Da die Vickershärte oberhalb einer Prüfkraft von 5,1 kp unabhängig von der aufgebrachten Prüfkraft wird, sollten die hier ermittelten Härtegrade HV₁₀ nur minimale Abweichungen zu den Härtegraden HV₃₀ liefern. Die Autoren von [7] geben für einen möglichen Zusammenhang zwischen Dehngrenze $\sigma_{0,2}$ und Vickershärte HV folgende Gleichung an:

$$\sigma_{0,2} = 3,013HV - 127,012 \quad (2.3)$$

Weiter soll der Zusammenhang zwischen Dehngrenze und Zugfestigkeit wie folgt dargestellt werden können:

$$\sigma_B = 1,1907\sigma_{0,2} - 86,63 \quad (2.4)$$

Die Autoren beziehen sich in ihrer Arbeit jedoch auf elektronenstrahlgeschweißte Werkstücke [7].

2.5.3 Auszählverfahren

Das Auszählverfahren ist ein manuelles Hilfsmittel um die Phasenanteile von Gefügen zu ermitteln. Metalllegierungen, wie auch Titan, können unterschiedliche Gefüge mit mehreren Phasen ausbilden. Deren Anteile können mit diesem Verfahren bestimmt werden.

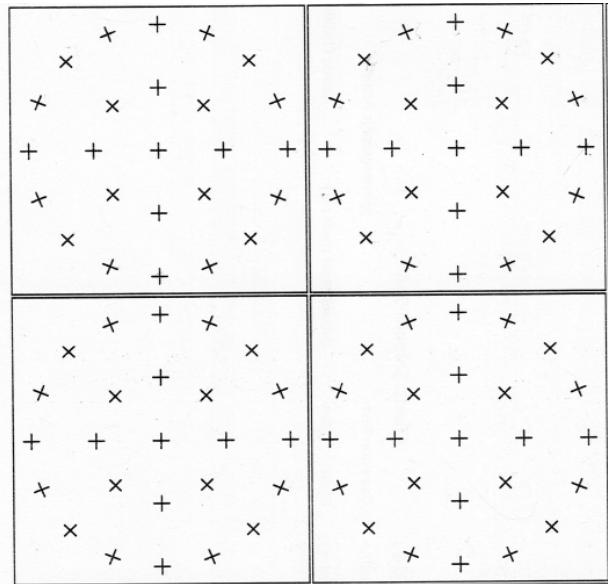


Abbildung 2.3: Raster für das Auszählverfahren

Das zu analysierende Gefüge wird mit einem Mikroskop abgebildet. Fünf zufällig ausgewählte Bildbereiche werden ausgedruckt und mit einem gleichmäßigen Raster versehen. Die Abbildung 2.3 zeigt ein Beispielhaftes Raster.

Für eine gleichmäßige Verteilung der Phasen reichen die äußeren Ringe der Felder. Liegen die Anteile allerdings bei wenigen Prozent müssen alle Kreuze berücksichtigt werden. Anschließend erfolgt das Auszählen. Die Kreuze die auf der Phase liegen, die bestimmt werden soll, werden mit 1 gezählt. Liegen die Kreuze an einer Phasengrenze, werden sie mit 0,5 gezählt. Berühren die Kreuze die Phase nicht werden sie mit 0 gezählt. Alle Werte werden aufsummiert und durch die Anzahl aller gezählten Kreuze geteilt. Das Ergebnis ist der Phasenanteil. Dieses Verfahren wird an fünf unterschiedlichen Bildbereichen durchgeführt und der Mittelwert gebildet.

2.5.4 Zugversuch

Bei einem Zugversuch werden Proben bis zum Bruch gedehnt und dabei Werkstoffkennwerte bestimmt. Die Kennwerte sind unter anderem Elastizitätsmodul, Elastizitätsgrenze, Zugfestigkeit und Bruchdehnung. Unter diesen Kennwerten ist für die Anforderung der Arbeit die Zugfestigkeit interessant, da diese über eine Wärmebehandlung optimiert werden soll. Sie ist die größte plastische Dehnung bevor sich das Bauteil einschnürt beziehungsweise reißt. Mit dem Zugversuch wird die Abschätzung der Zugfestigkeit über die Härte vermieden und es kann abgeschätzt werden, ob die Formel der Abschätzung realitätsnah war. Der Zugversuch wird mit einer Universalprüfmaschine der Firma Zwick Roell nach der Norm DIN EN ISO 6892-1 Teil B durchgeführt. Dabei werden die Zugproben nach DIN 50125-B5x25 angefertigt. Nach der Norm des Zugversuches wird die Spannungsgeschwindigkeit abhängig von dem Elastizitätsmodul des Werkstoffs gewählt. Da Titan ein E-Modul kleiner 150000 MPa besitzt, wird eine Spannungsgeschwindigkeit zwischen 2 und 20 MPa s⁻¹ gewählt. Diese Spannungsgeschwindigkeit wird während der Bestimmung der Dehngrenze verwendet. Danach wird über eine Dehngeschwindigkeit von maximal 0,008 s⁻¹ zur weiteren Messung benutzt. Form B der Zugproben sind nach Norm Rundproben mit Gewinde zur Einspan-

nung. Der Zusatz "5x25" beschreibt die Maße der Probe. 5 ist dabei der Probendurchmesser und 25 die Anfangsmesslänge.

3 Ergebnisse der Arbeit

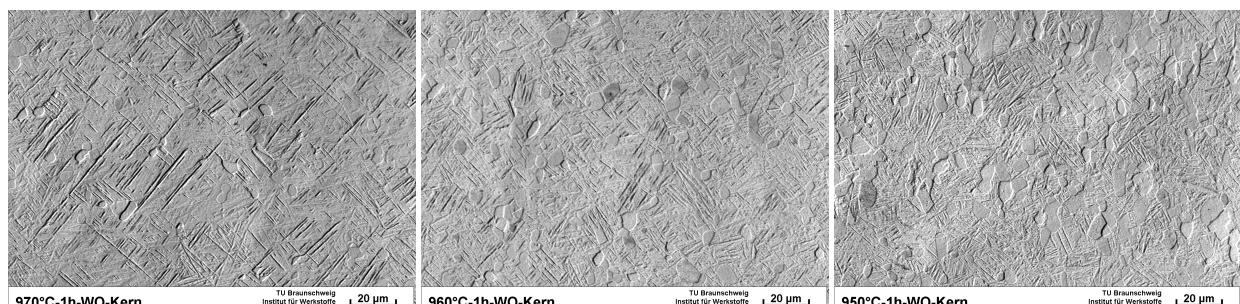
3.1 Festigkeitssteigerung durch Martensitbildung

Die Literaturrecherchen zeigen, dass sich die mechanischen Eigenschaften der Titanlegierung durch unterschiedliche Gefügestrukturen einstellen lassen. Die erste Methode um die Härte bzw. Zugfestigkeit zu steigern, ist die Einstellung des Primär Alpha Gehalts. Mit einem sinkenden Gehalt der Alpha Phase, steigt die Härte des Gefüges. [9]. Der Alpha Anteil lässt sich mit einer Wärmebehandlung variieren. Mit einer Wärmebehandlung im zwei Phasen Gebiet ($\alpha' + \beta$) sinkt der Anteil der Alpha Phase mit steigender Temperatur, bis die Beta Transustemperatur erreicht ist (siehe Abbildung 2.2). Um diesen Anteil beizubehalten muss die Temperatur eine bestimmte Zeit gehalten und anschließend schnell abgekühlt werden. Die Diffusionsvorgänge sollen so klein wie möglich gehalten werden. Neue Alpha Körner sollen nicht entstehen und die vorhandenen Körner sollen nicht auf Kosten der Beta Phase weiter wachsen. Oberhalb der Martensitstarttemperatur kann sich aus der Beta Phase je nach Abkühlmedium Martensit oder transformierte Beta Phase bilden.

3.1.1 Abhängigkeit des Primär Alpha Anteils von der Glühtemperatur

Drei Proben wurden bei jeweils bei 950°C, 960°C und 970°C für eine Stunde im Ofen geglüht und anschließend im Wasser abgeschreckt. Anschließend wurden die Proben präpariert. Die Abbildungen aus 3.1 zeigen die lichtmikroskopischen Aufnahmen. Primär Alpha Körner liegen in einer Martensit Matrix. Die Alpha Körner wurden durch das Abschrecken eingefroren, und die Beta Phase ist komplett in den Martensit umgeklappt. Die unterschiedlichen Primär Alpha Anteile sind klar zu erkennen.

Die genauen Phasenanteile wurden mittels Auszählverfahren (2.2.1) bestimmt. Die Ergebnisse zeigt Tabelle 3.1. Bei einer Temperatur von 970°C ist der Alpha Anteil mit 6 % sehr gering und mittels Lichtmikroskop nur noch schwer zu erkennen. Die 20 % Alpha bei einer Glühtemperatur von 950°C



(a) Gefüge bei einer Glühtemperatur von 970°C (b) Gefüge bei einer Glühtemperatur von 960°C (c) Gefüge bei einer Glühtemperatur von 950°C

Abbildung 3.1: Gefüge unterschiedlicher Glühtemperaturen

Wärmebehandlung	Mittelwert Primäralphaanteil %	Standardabweichung
950°C 1h WQ	20	1,57
960°C 1h WQ	13	1,68
970°C 1h WQ	6	1,82

Tabelle 3.1: Primäralphaanteil in Abhängigkeit der Glühtemperatur

Wärmebehandlung	Primär Alpha Anteil [%]	Mittelwert Härte in HV10	Standardabweichung
950°C 1h WQ	20	343	6,68
960°C 1h WQ	13	351	9,07
970°C 1h WQ	6	357	8,95

Tabelle 3.2: Härte in Abhängigkeit der Glühtemperatur

hingegen sind noch deutlich zu erfassen.

3.1.2 Abhängigkeit der Härte vom Primäralphaanteil

Die Härte der Proben wurde mittels der Vickers Härteprüfung bestimmt. Aus fünf Härtemessungen pro Probe wurde ein Mittelwert errechnet. Bei einer Prüfkraft von 10HV dringt der Prüfkörper in die Alpha Körner und den Martensit ein. Somit entsteht in gemitteltem Härtewert des Gefüges. Die Tabelle 3.2 zeigt eindeutig, dass die Härte mit sinkendem Primär Alpha Anteil steigt. Bei einem Anteil von 20 % liegt die Härte bei ca. 340 HV10. Sinkt der Anteil auf 6 %, steigt die Härte auf einen Wert von ca. 360 HV10.

3.1.3 Bewertung der Ergebnisse

Es besteht eine Proportionalität zwischen dem Primär Alpha Anteil und der Härte des Gefüges. Je geringer der Anteil Alpha Phase im Gefüge, desto höher ist die Härte. Der wachsende Anteil des Martensits bewirkt somit die Härtesteigerung. Mit diesem Ergebnis ist zu klären, ob ein vollmartensitisches Gefüge die Härte nochmals steigert. Dieses Gefüge wird im vollgängen behandelt. Zudem ist die hohe Standardabweichung der Härtewerte auffällig (siehe Anhang Härte Protokolle). Die Härteeindrücke wurden längs durch die Schleiffläche gelegt. Die Härteprotokolle zeigen, dass der erste und der fünfte Messwert oft nach unten ausreißt. Diese Eindrücke liegen nahe der Randzone. Ein Härteabfall in der Randzone könnte mit dem entstandenen α -Case 3.2 zusammen hängen.

3.2 Festigkeitssteigerung durch Auslagern des Vollmartensits

3.3 Festigkeitssteigerung durch Auslagern von Primäralpha und Martensit

In zahlreichen vergleichbaren Untersuchungen wurde bereits eine Festigkeitssteigerung durch Auslagerung von $\alpha + \alpha'$ -Gefügen festgestellt. Auf Basis dieser Untersuchungen und von Ergebnissen aus vorherigen Behandlungen werden die Parameter für diese Wärmebehandlung gewählt. Ziel dieser Behandlung ist, den metastabilen Martensit in sekundäre Alpha- und Beta-Phase zerfallen zu lassen. Es ergeben sich so größere Festigkeiten und bessere mechanische Eigenschaften [4]. Es kon-

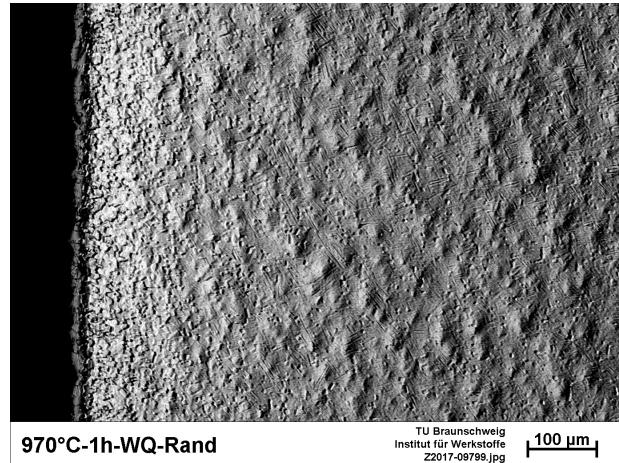


Abbildung 3.2: Alphacase

kurrieren jedoch zwei Mechanismen bei einer Alterung des Martensits. Zum einen werden die Nadeln innerhalb des Martensits breiter, sodass eine Abnahme der Härte aufgrund geringerer Grenzflächendichte folgt. Der andere Mechanismus ist der Zerfall des Martensits in feine Alpha- und Betakörner die sich innerhalb des Gefüges bilden. Diese feinen Körner sorgen für eine Festigkeitssteigerung. Es ist also das Ziel, die Vergrößerung des Gefüges zu minimieren, während der Zerfall maximiert werden soll.

3.3.1 1. Wärmebehandlung

Wärmebehandlungen wie in den Quellenangaben [4] und [12] geben Beispiele für erfolgreiche Glüh- und Alterungsprozesse. Sie dienen als Hilfsmittel für die Parameterwahl bei dieser Wärmebehandlung. Bei den Beispielen werden Glühtemperaturen von 950°C bis 970°C verwendet, sodass ein zweiphasiges Gefüge mit unterschiedlichen Primäralpha-Gehalten entsteht. Um neben dem Primäralpha ein Martensit zu erzeugen, wird in Wasser abgeschreckt. Für einen vollständigen Abschluss der Diffusionsvorgänge wird wie in der Wärmebehandlung aus Kapitel 3.1 eine Haltezeit von einer Stunde als ausreichend eingestuft.

Wie vorherige Wärmebehandlungen zeigen, wirkt sich ein geringer Primäralpha Anteil positiv auf die Härte beziehungsweise Festigkeit aus. Für den Zerfall des Martensits ist jedoch die Konzentration an Beta stabilisierender Elemente in der Martensit-Phase entscheidend. Diese liegt wie in den EDX-Ergebnissen aus Kapitel 3.1 niedriger, je kleiner der Primäralpha-Anteil ist. Demnach könnten Proben mit einem niedrigeren Primäralpha-Anteil durch eine Alterung geringere Festigkeiten aufweisen als Proben mit höheren Primäralpha-Anteilen.

Für die Alterung, mit anschließender Luftkühlung, wurde in den Behandlungen aus den Quellen eine Temperatur von 490°C bis 595°C und eine Haltezeit von 1 bis 8 Stunden angegeben. Da diese Spanne sehr groß ist und eine aussagekräftige Beurteilung der Ergebnisse für den gesamten Bereich unverhältnismäßig aufwendig sein würde, wurden zwei Temperaturen festgelegt und über die Haltezeit variiert. So werden in einem ersten Schritt die Auswirkungen des Primäralpha-Anteils analysiert. Es wurden Wasser abgeschreckte Proben bei einer Glühtemperatur von 970°C und 950°C jeweils zwei und acht Stunden bei 520°C gealtert. Es werden also vier Proben verwendet, die ein vergleichbares Ergebnis liefern sollen. So kann eine Auswirkung der unterschiedlichen Primäralpha-

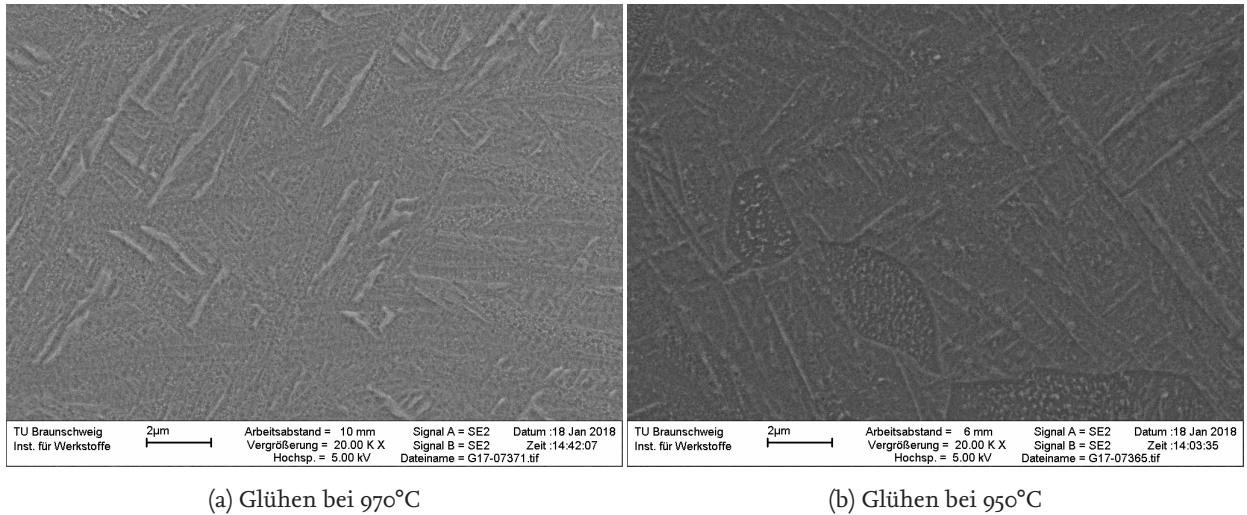


Abbildung 3.3: REM Bilder abschrecken von 950°C und 970°C

Anteile gleichzeitig mit der Auswirkung der Haltedauer beobachtet werden und Rückschlüsse auf die entstehenden Eigenschaften getroffen werden.

3.3.2 Ergebnisse 1. Wärmebehandlung

970°C Auslagerung

Auf den Gefügebildern mit dem Lichtbildmikroskop aus Abbildung 3.7 sind kaum Unterschiede zu dem Ausgangsgefüge aus Abbildung 3.6(a) zu sehen. Die Primäralpha Phase ist unabhängig von der Auslagerungszeit in ihrer Ausdehnung konstant geblieben. Der Martensit hat sich unter dem Lichtmikroskop nicht verändert. Falls die Martensit-Phase sich in ihrer Struktur verändert hat, ist dies nur unter einem REM zu sehen. Ein Zerfall würde sich nur in kleinen Teilchen äußern, die in dieser Vergrößerung nicht zu sehen sind.

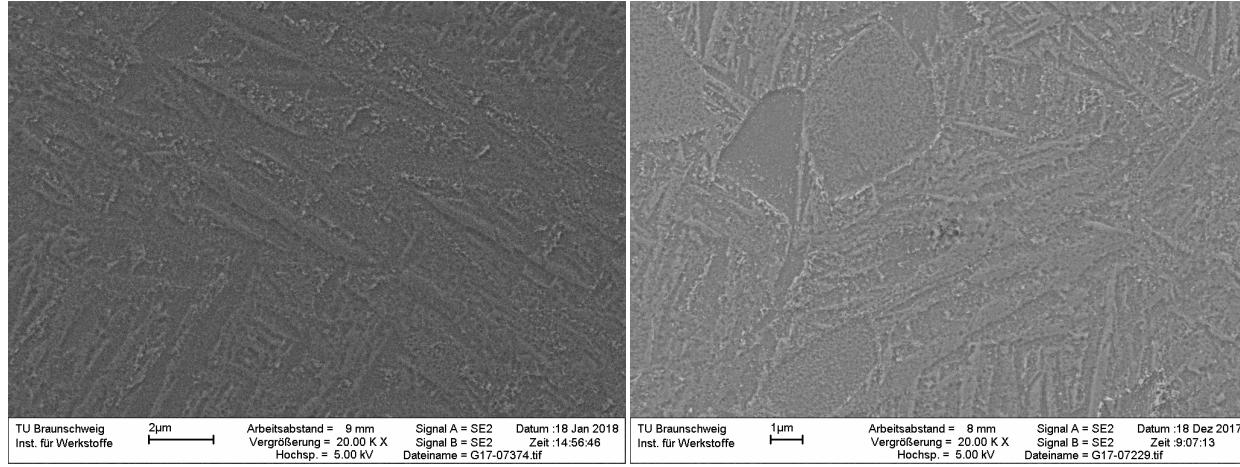
Die REM-Aufnahme aus Abbildung 3.3(a) zeigt das Gefüge von einem Abschrecken von 970°C. Wird diese Aufnahme mit denen nach dem Altern aus Abbildung 3.4 verglichen, fallen Unterschiede auf. Der gealterte Martensit hat eine ungleichmäßige, "körnigere" Struktur als der nicht ausgelagerte. Diese Struktur ist bei der Probe mit längerer Haltezeit noch größer.

Durch eine Härteprüfung lässt sich die Auswirkung der Alterung analysieren. Dabei wird das in Kapitel zwei beschriebene Verfahren angewendet. Für die Behandlungsreihe mit 970°C ergeben sich die Ergebnisse aus Tabelle 3.4. Ein Vergleich mit den Härtewerten der nicht ausgelagerten Probe aus Tabelle 3.3 zeigt keine Härtesteigerung.

950°C Auslagerung

Wie auch schon bei den Proben bei 970°C sind unter dem Lichtmikroskop keine Unterschiede zwischen den ausgelagerten Proben und der unbehandelten Probe zu erkennen. Für eine genauere Analyse muss also ein REM herangezogen werden.

Die Bilder des REM aus Abbildung 3.3.2 zeigen das resultierende Gefüge nach den jeweiligen Haltezeiten. Es sind ähnliche Ergebnisse wie bei der Alterung der Glühtemperatur von 970°C zu erkennen. Der Martensit hat seine charakteristische Struktur verloren. Die nach dem Abschrecken



(a) Zwei Stunden Alterung

(b) acht Stunden Alterung

Abbildung 3.4: Gefüge der gealterten Proben Glühen bei 970°C

970°C 1h WQ		950°C 1h WQ	
Abstand in mm	Härte in HV10	Abstand in mm	Härte in HV10
0.02	342	-0.01	337
2.92	362	3.17	347
5.80	363	6.32	349
8.69	363	9.48	348
11.58	355	12.62	336
Mittelwert	357	Mittelwert	343
Max	363	Max	349
Min.	342	Min.	336
Std.-abw.	8.95	Std.-abw.	6.68

Tabelle 3.3: Härtegrade ohne Auslagerung

entstandenen Nadeln sind nur noch in kleinen Mengen zu sehen. Ein Großteil ist in vielen Stellen unterbrochen und größer geworden. Es ist schwierig, einen Unterschied des Gefüges aufgrund der Haltezeit zu erkennen. Die Struktur ist mit der Zeit noch größer geworden und die Anzahl der Unterbrechungen ist größer geworden.

Bei den Proben, die mit 950°C geglüht und zwei beziehungsweise acht Stunden bei 520°C ausgelagert wurden, zeigt sich ein anderes Ergebnis der Härteprüfung als bei den Proben bei einer Glühtemperatur von 970°C. Wenn die Härtegrade nach der Alterung mit denen vorher verglichen werden, ist eine Härtesteigerung erkennbar. Die Werte aus der Tabelle 3.5 sind im Schnitt 10 HV10 höher als das Material vor der Behandlung. Die verwendeten Haltezeiten weisen keinen Unterschied hinsichtlich der Härte auf. Sie liegen für beide Zeiten bei circa 360 HV 10.

3.3.3 2. Wärmebehandlung

Aus den Ergebnissen der ersten Wärmebehandlung lässt sich schließen, dass eine längere Haltezeit, innerhalb einer Auslagerung ausgehend von einer Glühtemperatur von 970°C, keine Festigkeitsstei-

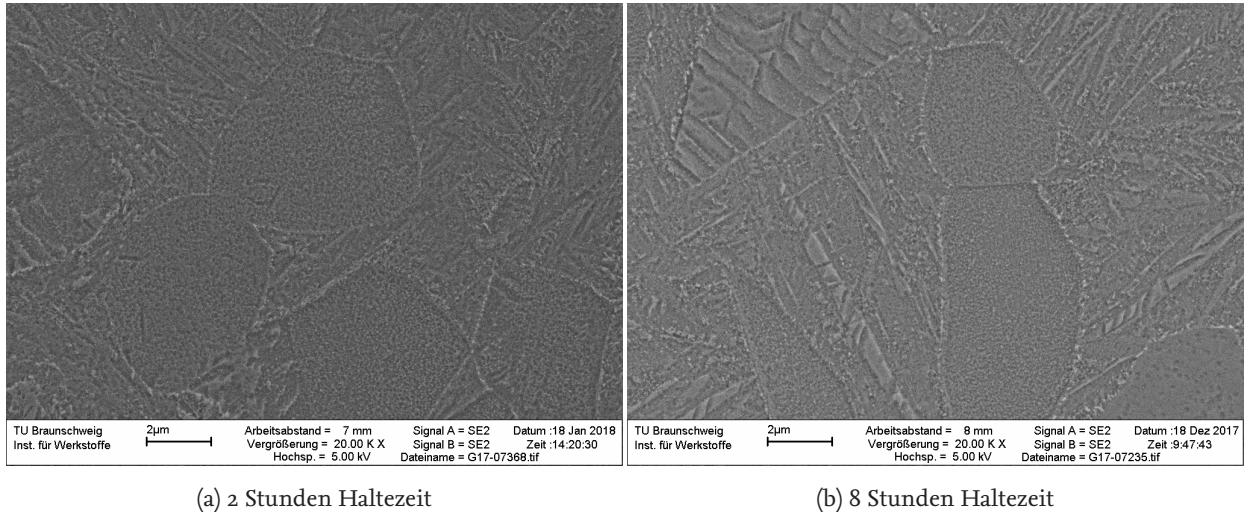
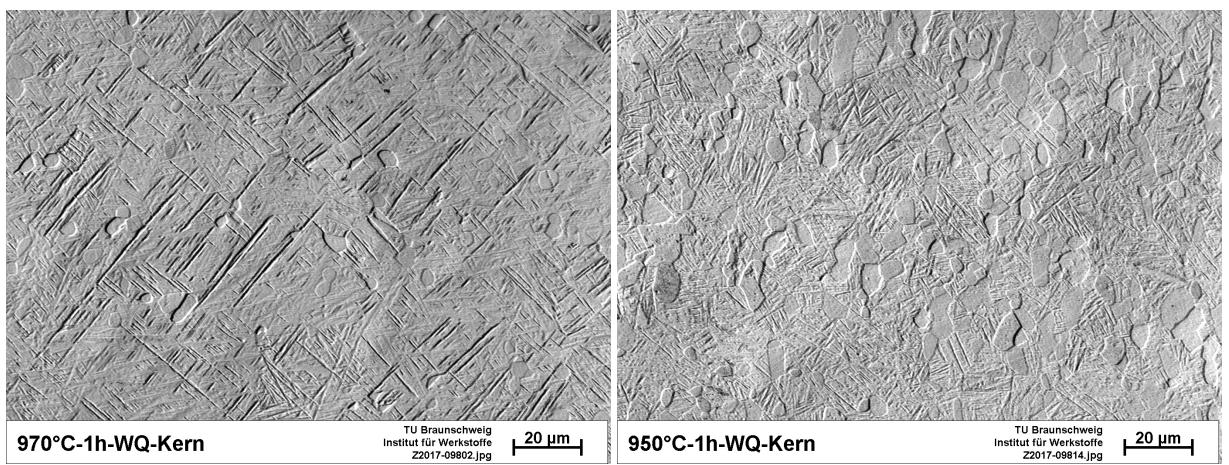


Abbildung 3.5: Auslagerung der Glühtemperatur 950°C bei 2 und 8 Stunden



(a) Gefüge bei einer Glühungstemperatur von 970°C ohne Alterung (b) Gefüge bei einer Glühungstemperatur von 950°C ohne Alterung

Abbildung 3.6: Gefüge ohne Auslagern

2h Auslagern		8h Auslagern	
Abstand in mm	Härte in HV10	Abstand in mm	Härte in HV10
0.03	357	0.07	353
3.16	358	2.91	352
6.29	360	5.79	352
9.43	354	8.67	355
12.56	359	11.54	357
Mittelwert	358	Mittelwert	354
Max	360	Max	357
Min	354	Min.	352
Std.-abw.	2.58	Std.-abw.	2.40

Tabelle 3.4: Härteprüfung 970°C Glühen und Auslagern

2h Auslagern		8h Auslagern	
Abstand in mm	Härte in HV10	Abstand in mm	Härte in HV10
0.01	352	0.02	357
2.98	356	3.22	355
5.94	356	6.42	358
8.90	355	9.62	357
11.86	358	12.82	354
Mittelwert	355	Mittelwert	356
Max	358	Max	358
Min.	352	Min.	354
Std.-abw.	2.43	Std.-abw.	1.83

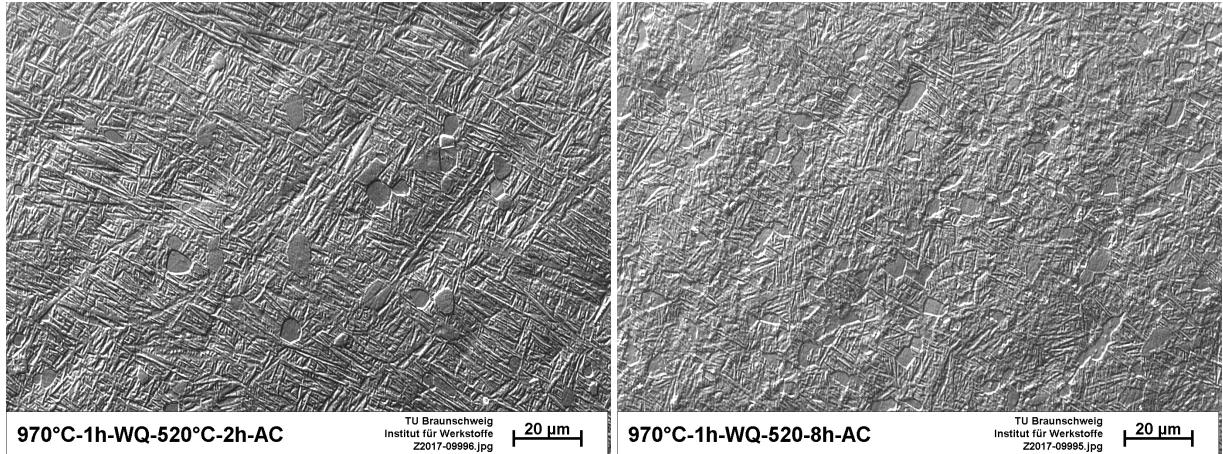
Tabelle 3.5: Härteprüfung 950°C Glühen und Auslagern

gerung hervorruft. Die Alterung der geringeren Glühtemperatur zeigt bereits eine Härtesteigerung von circa 3%. Eine Zunahme der Härte bei längerer Haltezeit ist somit für die Proben mit einer Glühtemperatur von 970°C unwahrscheinlich.

Da die Haltezeiten keinen Unterschied hinsichtlich der Härtesteigerung aufweisen, wird eine verlängerte Haltezeit angewendet. Es kann sein, dass der Zerfall des Martensits noch weiter fortschreitet, da während den verwendeten Haltezeiten die Diffusionsvorgänge nicht abgeschlossen werden konnten. Um dies zu prüfen und festzustellen, ob eine noch längere Haltezeit eine größere Härte steigernde Wirkung hervorruft, werden die Haltezeiten auf 16 und 24 Stunden angepasst. So lässt sich zeigen, ob der Zerfall des Martensits noch positiv hinsichtlich der Festigkeit statt finden kann.

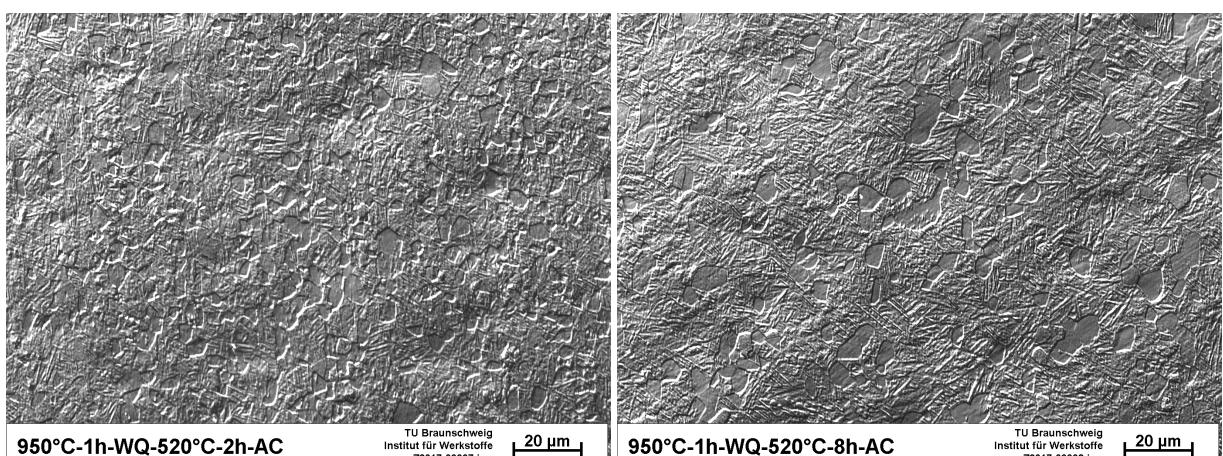
3.3.4 Ergebnisse 2. Wärmebehandlung

Aus den Gefügebildern mit dem Lichtmikroskop aus Abbildung 3.9 ist kein wesentlicher Unterschied erkennbar. Im Verhältnis zu der Probe, die nur zwei Stunden ausgelagert wurde, kann man eine leichte Verbreiterung der Nadeln erkennen. Jedoch ist eine mögliche Bildung von Alpha- und Beta-Phase unter dieser Auflösung nicht erkennbar. Dazu muss wie zuvor ein REM herangezogen



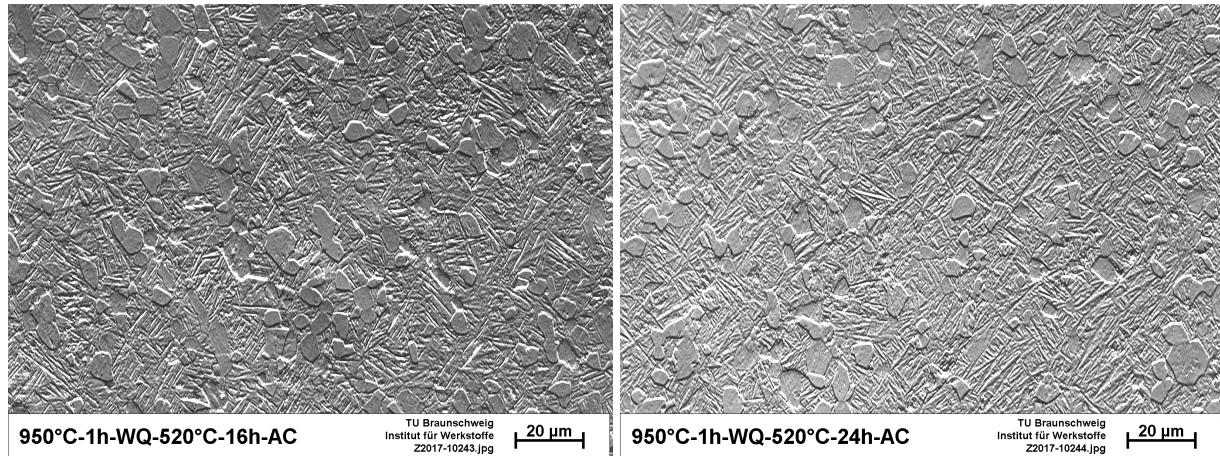
(a) Gefüge bei einer Glühungstemperatur von 970°C mit Auslagerung bei 520°C für 2h (b) Gefüge bei einer Glühungstemperatur von 970°C mit Auslagerung bei 520°C für 8h

Abbildung 3.7: Gefüge mit einer Glühtemperatur von 970°C und unterschiedlichen Alterungszeiten



(a) Gefüge bei einer Glühungstemperatur von 950°C mit Auslagerung bei 520°C für 2h (b) Gefüge bei einer Glühungstemperatur von 950°C mit Auslagerung bei 520°C für 8h

Abbildung 3.8: Gefüge mit einer Glühtemperatur von 950°C und unterschiedlichen Alterungszeiten



(a) Gefüge bei einer Glühungstemperatur von 950°C und 16 Stunden Alterung
 (b) Gefüge bei einer Glühungstemperatur von 950°C und 24 Stunden Alterung

Abbildung 3.9: Gefüge bei 950°C bei 16h und 24h Auslagerung

16h Auslagern		24h Auslagern	
Abstand in mm	Härte in HV10	Abstand in mm	Härte in HV10
0.02	359	0.02	362
3.16	358	3.29	363
6.31	362	6.55	363
9.46	357	9.81	364
12.60	360	13.07	363
Mittelwert	359	Mittelwert	363
Max	362	Max	364
Min.	357	Min.	362
Std.-abw.	1.79	Std.-abw.	0.803

Tabelle 3.6: Härtewerte für eine Haltezeiten von 16 und 24 Stunden

werden.

Die Aufnahme aus Abbildung 3.10 zeigt eine REM-Aufnahme von dem 24 Stunden lang gealterten Gefüge. Das Martensit ist fast nicht mehr zu erkennen. Die ehemaligen Nadeln sind an vielen Stellen unterbrochen und als solche nicht mehr zu erkennen. Um das Alpha-Korn hat sich ein ausgeprägter Rand gebildet. Die für kurze Haltezeit beschriebene Vergrößerung ist mit der Zeit noch einmal größer geworden.

Die Härtewerte zeigen, dass aus einer längeren Haltezeit eine höhere Härte resultiert. Im Vergleich zu der Haltezeit von zwei Stunden zeigen die Ergebnisse aus Tabelle 3.6 für eine Haltezeit von 24 Stunden eine nochmalige Härtesteigerung von 10 HV10. Die Härte nimmt also für längere Haltezeiten stetig zu.

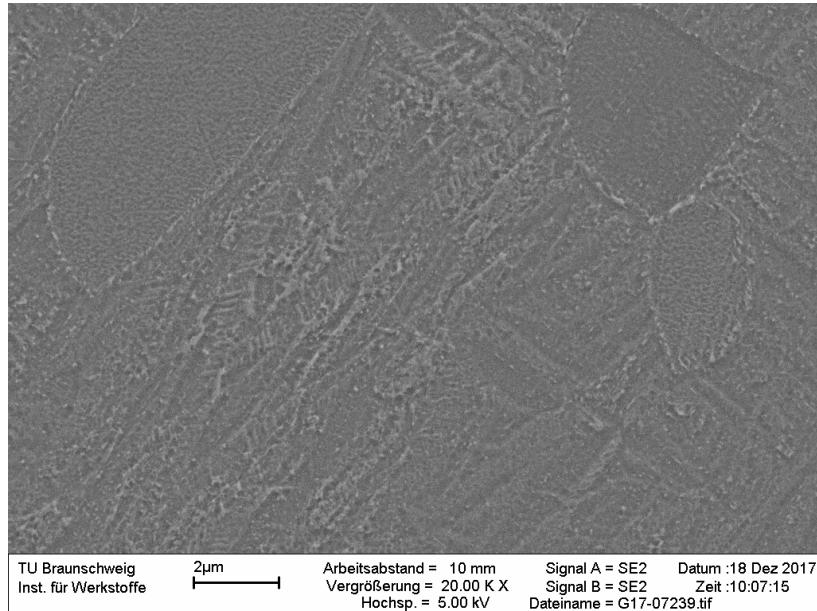


Abbildung 3.10: REM Aufnahme: 950°C und 24 Stunden Alterung

3.4 Ergebnisse des Zugversuches

3.4.1 Ausgewählte Wärmebehandlungen

Für die Ermittlung der genauen Zugfestigkeit wurden 3 Wärmebehandlungen ausgewählt. Die Wärmebehandlungen werden jeweils an 2 Proben durchgeführt und die Zugfestigkeit mittels Zugversuch (siehe 2.5.4) ermittelt. Ausgewählt wurden die beiden Wärmebehandlungen, die aufgrund der höchsten ermittelten Härtewerte und der vermuteten Korrelation von Härte und Zugfestigkeit die besten Ergebnisse versprachen. Als drittes wurde ein voll-martensitisches Gefüge mit geringerer Härte geprüft.

3.4.2 Erwartungen

Im Sinne der Aufgabenstellung sollte die Zugfestigkeit des Ausgangszustands am niedrigsten liegen. Nach dem in Abschnitt 1.4 gegebenem Überblick dürften Werte zwischen 900 und 950 MPa erwartet werden. Die wärmebehandelten Proben sollten deutlich höher im Bereich von 1000 bis 1200 MPa liegen. Unter den wärmebehandelten Proben ist die rein martensitische Probe als schwächste anzusehen. Die bei 970°C geglättete Probe weißt, von den einstufig geglätteten Proben, den höchsten Härtewert auf. Höher war nur der Härtewert der bei 950°C geglätteten, abgeschreckten und bei 520°C für 24 Stunden ausgelagerten Probe. Bei der die höchste Zugfestigkeit zu erwarten ist.

3.4.3 Ergebnisse

Abbildung 3.11 zeigt einen Ausschnitt aus dem Prüfprotokoll der durchgeföhrten Zugversuche. Darin sind der E-Modul, die Dehgrenze und die Zugfestigkeit tabellarisch dargestellt. Die dort ermittelten Werte bestätigen die oben aufgestellten Vermutungen teilweise. Die Proben 6 und 7 weisen die höchste Zugfestigkeit auf. Alle Proben haben eine höhere Zugfestigkeit als der Ausgangszustand. Die rein martensitischen Proben 2 und 3 jedoch weisen eine höhere Zugfestigkeit als die Proben 4

Überschrift : Prüfprotokoll AMB02 Probentyp : Zugprobe DIN 50125-B5x25
 Prüfnorm : DIN EN ISO 6892-1 Teil B Prüfer : AMB02
 Werkstoff : Ti-64 Bemerkung : Raumtemperatur 20,9°C
 Vorkraft : 5 MPa
 Geschwindigkeit E-Modul : 10 MPa/s
 Prüfgeschwindigkeit : 0,006 1/s

Prüfergebnisse:

Legende	Nr	Probe	d_0 mm	S_0 mm^2	E_{mod} GPa	$E_{\text{Hysterese}}$ GPa	R_{p02} MPa	R_m MPa	σ_g %	σ_{gt} %	F_b MPa	A_t %
■	1	Ausgangszustand	5,1	20,43	112	104	920	929	3,0	3,9	580	13,7
■	2	Martensit 1	5,07	20,19	115	107	915	1052	2,8	3,8	937	6,5
■	3	Martensit 2	5,09	20,35	114	108	919	1060	2,9	3,8	990	7,0
■	4	970°C 1	5,06	20,11	111	105	874	1021	3,3	4,3	510	17,7
■	5	970°C 2	5,04	19,95	108	103	890	1029	3,2	4,2	514	19,4
■	6	950°C 1	5,08	20,27	118	106	1026	1088	2,2	3,2	615	11,1
■	7	950°C 2	5,06	20,11	108	107	1005	1084	2,7	3,8	586	14,9

Abbildung 3.11: Ergebnisse der Zugprüfungen

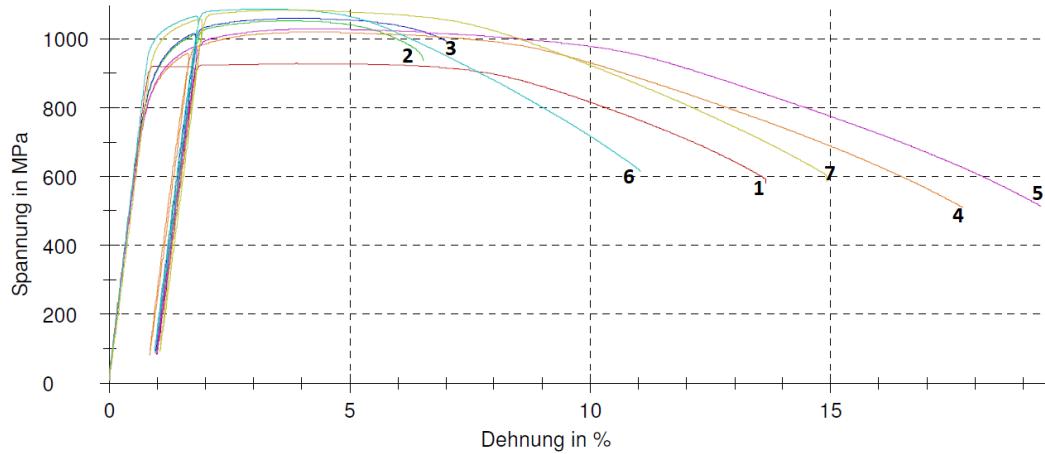


Abbildung 3.12: Spannungs-Dehnungskurven der Zugversuche

und 5 auf. Der E-Modul liegt für alle Proben im Bereich von ungefähr 108 GPa.

Abbildung 3.12 zeigt die während der Zugversuche aufgenommenen Spannungs-Dehnungskurven. Für einen besseren Überblick wurden die Probennummern ergänzt, sodass ein Zusammenhang mit Abbildung 3.11 entsteht. Anhand Abbildung ?? kann die Bruchdehnung mit Berücksichtigung des elastischen Anteils abgelesen werden. Dabei ergeben sich für die rein martensitischen Proben die geringsten Bruchdehnungen von 5,5% und 6%. Die 970°C Proben (4 und 5) sind mit Bruchdehnungen von 16,5% und 18% am duktilsten. Der Ausgangszustand weist eine Bruchdehnung von 12,5% auf. Auffällig ist, dass trotz identischer Wärmebehandlung die Proben 6 und 7 mit 10,5% und 14% weit auseinander und jeweils mit ca. 2% Dehnung vor und hinter dem Ausgangszustand liegen.

4 Festigkeitssteigernde Mechanismen

Dieses Kapitel beschäftigt sich mit der Frage, welche Mechanismen bei der Festigkeitssteigerung von Bedeutung sind. Die einzelnen Wärmebehandlungsschritte werden diskutiert und verglichen.

In jedem der Ansätze ging es um Festigkeitssteigerung durch eine erhöhte Grenzflächendichte. Die Versetzungen können bei einer großen Grenzflächendichte nur unter hohem Energieaufwand durch das Bauteil wandern. So entsteht eine hohe Festigkeit.

4.1 Einfluss des Primäralpha-Anteils

Die in Kapitel 3.1.2 beschriebenen Ergebnisse der ersten Wärmebehandlung sollen nun diskutiert werden. Dabei waren die folgenden Ergebnisse herausgestellt wurden:

- Der Primär-Alpha-Anteil sinkt mit zunehmender Glühtemperatur bei der Wärmebehandlung.
- Die Härte der Proben steigt mit abnehmendem Primär-Alpha-Anteil.

Die Steigerung der Härte des $\alpha - \alpha'$ -Gefüges lässt sich zum einen auf die Bildung des Martensits zurückführen. Dennoch darf der Titan-Martensit nicht mit dem Stahl-Martensit gleichgesetzt werden. Da beim Titan-Martensit keine Zwangslösung eines Legierungselements auftritt, wie das beim Stahl mit Kohlenstoff der Fall ist, tritt keine nennenswerte Gitterverzerrung bei Titan auf. Damit verbunden sollte auch nur eine geringe Steigerung der Härte einhergehen. Die hier auftretende Erhöhung der Härte auf 343 HV10 (950°C-1h-WQ) ist dagegen signifikant höher als der Ausgangszustand mit 305 HV10. Es scheint also noch ein anderer Effekt aufzutreten.

Dieser Effekt ist ausschlaggebend für die hier beobachtete Härtesteigerung und lässt sich durch die Grenzflächendichte beschreiben. Abbildung 4.1(a) zeigt das Ausgangsgefüge, im Vergleich mit einem $\alpha - \alpha'$ -Gefüge in (b). Die Martensit-Platten der Matrix um die Alpha-Körner sind deutlich feiner verteilt als die Gefügebestandteile des Ausgangszustandes. Daraus resultiert eine höhere Anzahl von Grenzflächen zwischen den Körnern.

Durch die erhöhte Grenzflächendichte wird eine Versetzungsbewegung am Voranschreiten gehindert, was sich positiv auf Härte sowie Festigkeit auswirkt. Eine Aufhärtung durch höhere Grenzflächendichte lässt sich auch durch die in Abschnitt 3.1.2 gezeigte steigende Härte mit abnehmendem Alpha-Anteil vereinbaren. Die Alphakörper in (b) sind deutlich größer als die feinen Martensit-Platten der Matrix und tragen so negativ zur Verfestigung durch Erhöhung der Grenzflächendichte bei.

Abbildung 4.3 zeigt einen Graphen der Härteprüfung der bei 950°C und einer Stunde geäglühten Probe. Auffällig erscheinen hier die nach unten abfallenden Messergebnisse des ersten und fünften Messeindrucks. Vermuten ließe sich hier ein Messfehler. Es sei aber angeführt, dass es sich dabei

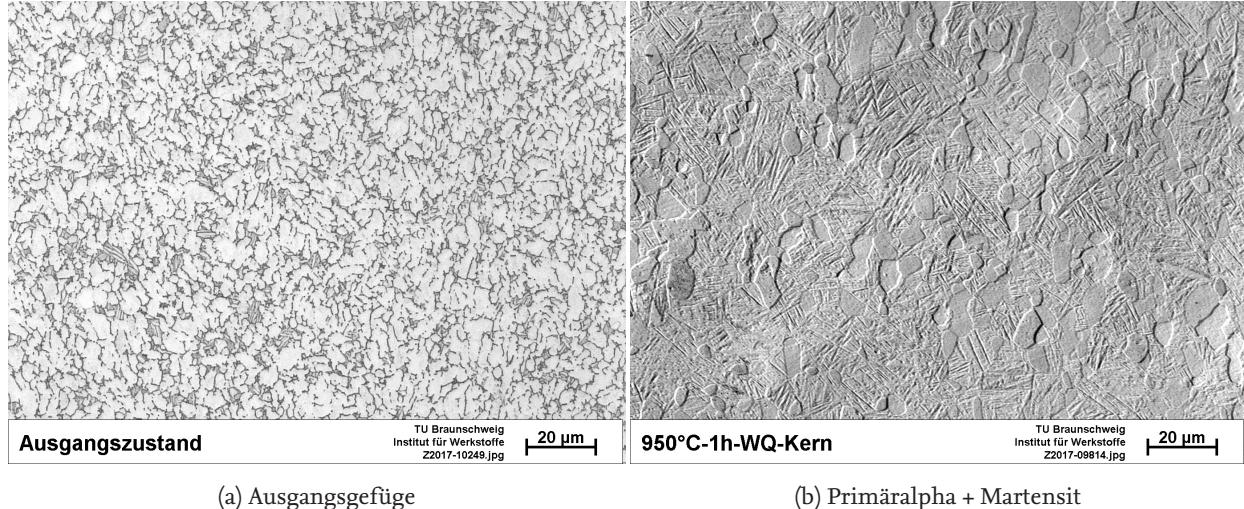


Abbildung 4.1: Vergleich zwischen Ausgangsgefüge und Primäralpha + Martensit

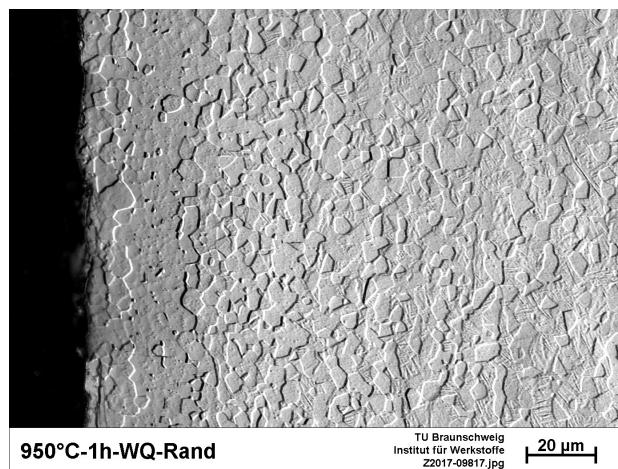


Abbildung 4.2: Alpha-Case am Rand der Probe

um Messabweichungen von ca. 10 HV₁₀ handelt. Die, wie in Abschnitt 2.2.4 gesagt, im Rahmen der Messungenauigkeit von 3% liegen. Des Weiteren erfolgt im Alpha-Case der Randschichten eine Aufhärtung des Werkstoffes durch die Diffusion von Sauerstoff, was zu einer Messabweichung nach oben führen müsste. Gleichzeitig ist durch die geringe Tiefe von einigen Mikrometern (vgl. Abb. 4.2) ein unbemerkt Prüfeindruck im Alpha-Case äußerst unwahrscheinlich.

4.1.1 Abnahme der Zugfestigkeit des Vollmartensites gegenüber dem $\alpha - \alpha'$ -Gefüge

In Kapitel 3.1.2 wurde herausgestellt, dass die ermittelte Härte mit sinkendem Primär-Alpha-Anteil steigt. In Kapitel 4.1 wurde dann der Zusammenhang der höheren Grenzflächendichte für das Auftreten höherer Härtewerte gegenüber dem Ausgangsgefüge behandelt. Demnach sind die in der Martensit-Matrix fein verteilten Martensit-Platten für die höhere Härte verantwortlich. Die noch Vorhandenen Alphakörner jedoch kontraproduktiv. Die Ergebnisse der Härteprüfung für ein voll-

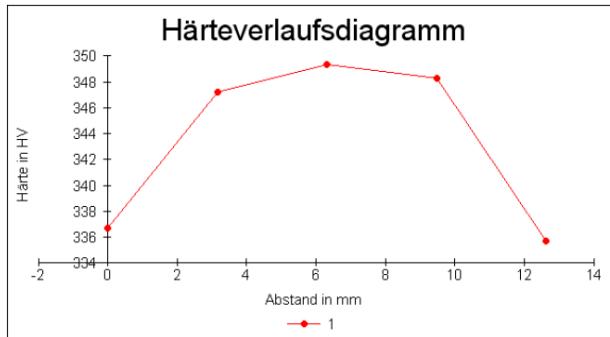


Abbildung 4.3: Härteverlaufsdiagramm der Härteprüfung von der bei 950°C gegläuteten Probe

Probe	950°C-WQ	970°C-WQ	1050°C-10min-WQ	1050°C-30min-WQ
Härte [HV10]	343	357	346	342

Tabelle 4.1: Mittelwerte der Härte für verschiedene Proben

martensitisches Gefüge [in Kapitel?] zeigen jedoch eine Abnahme der Härte auf 346 HV10 gegenüber dem Alpha-Alpha'-Gefüge durch Glühen bei 970°C und Wasserabschrecken. Gleichzeitig liegt die Härte auf dem Niveau der bei 950°C gegläuteten und wasserabgeschreckten Probe. Einen Überblick gibt Tabelle 4.1.

Hintergrund ist, dass auch die Länge der Martensit-Platten eine Rolle bei der Verfestigung spielt. Die Rissausbreitung erfolgt entlang einer geraden Korngrenze relativ ungehindert. Dagegen benötigt ein Richtungswechsel viel Energie, was der Rissausbreitung hinderlich ist. Es liegen also zwei gegenteilige Mechanismen vor, dessen Zusammenspiel gerade die Festigkeit der hier betrachteten Gefüge ausmacht. Der positive Effekt des maximalen Martensitanteils im rein martensitischen Gefüge wird gerade durch die langen Martensit-Platten vermindert. Ähnlich sieht es im der $\alpha - \alpha'$ -Aushärtung bei 950°C aus, hier ist der Martensit feiner verteilt und die Länge der Martensit-Platten idealer, dem entgegenstehen große Alpha-Körner. In beiden Fällen wird der, die Härte erhöhende, Mechanismus durch den Gegenteiligen verringert. Das passiert in beiden Fällen im gleichen Maße, sodass eine ähnliche Härte erreicht wird. Die $\alpha - \alpha'$ -Aushärtung bei 970°C scheint mit Blick auf die Messergebnisse eine bessere Abwägung der beiden Effekte zu erreichen.

Abbildung 4.4 zeigt links eine oberhalb Beta-Transus lösungsgeglühte und abgeschreckte Probe. Im Vergleich zur rechten Abbildung ist die deutlich gröbere Martensit-Matrix zu erkennen. Für die Feinheit des Martensit ist die Dauer und Temperatur des Lösungsglühens ausschlaggebend. Die Länge der Martensit-Platten ist maximal die Länge eines ehemaligen Beta-Korns. Beim Lösungsglühen oberhalb von Beta-Transus ergibt sich nun folgende Schwierigkeit. Einerseits wird eine Temperatur oberhalb von Beta-Transus und ausreichend Zeit benötigt, um das gesamte Gefüge in die Beta-Phase umzuwandeln. Andererseits dürfen Temperatur und Haltezeit nicht zu hoch gewählt werden um das Wachstum der Beta-Körner zu minimieren. Die Temperatur hat einen größeren Einfluss auf die Diffusionsvorgänge und damit das Wachstum der Beta-Körner. [Mk2] Daher ist eine genaue Kenntnis der Beta-Transus-Temperatur des vorliegenden Materials für das Einstellen möglichst kleiner Beta-Körner notwendig. Im Verlauf dieser Arbeit konnte die genaue Beta-Transus-Temperatur des Materials nicht bestimmt werden, weshalb für die rein martensitischen

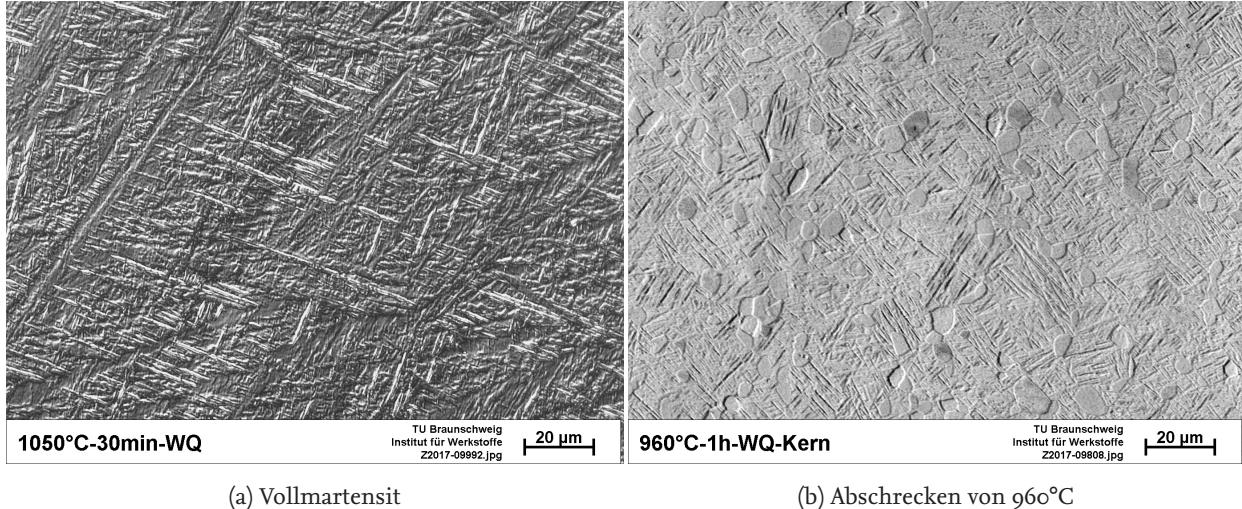


Abbildung 4.4: Vollmartensit neben Primäralpha + Martensit Gefüge

Proben Beta-Transus mit 1000°C angenommen wurde. Ein Lösungsglühen bei 50°C oberhalb Beta-Transus sollte die vollständige Umwandlung der Alpha-Phase bewirken. Vermuten lässt sich, dass die tatsächliche Beta-Transus-Temperatur unterhalb von 1000°C liegt. Eine Wärmebehandlung bei geringerer Temperatur als 1050°C wäre folglich ausreichend gewesen das Phasengemisch in Beta-Phase umzuwandeln. Daraus hätte demnach ein feiner verteilter Martensit erzeugt werden können.

4.2 Alterung des Martensits

In der in Abschnitt 3.1 behandelten Wärmebehandlung ging es um einen Zerfall des Martensits. Dieser sollte in möglichst kleine Bereiche von Alpha- und Beta-Phase zerfallen. Nur so kann die Grenzflächendichte gegenüber dem Martensit erhöht werden. Der kritische Faktor war hierbei, inwiefern der Martensit zerfällt, während die Vergrößerung als festigkeitsverringender Prozess parallel läuft. Ziel war es, diese konkurrierenden Prozesse so zu steuern, dass ein maximaler Festigkeitsgewinn entsteht.

Ausgehend von den Ergebnissen der ersten Wärmebehandlung wurde festgestellt, dass ein niedriger Primäralpha-Anteil für eine Festigkeitssteigerung sorgt. Es würde also Sinn ergeben, mit dem mit den geringsten Alpha-Anteil enthaltenen Gefüge die Alterung durchzuführen. Wie bereits erwähnt entscheidet jedoch die Konzentration an Beta stabilisierenden Elementen in der Martensit-Phase über einen festigkeitssteigernden Zerfall. In dem Gefüge mit wenig Primäralpha ist die Konzentration an Beta stabilisierenden Elementen auf Grund des großen Volummenanteils der Beta-Phase geringer als in Gefügen mit viel Primär-Alpha. Dies lässt darauf schließen, dass eine Auslagerung von Proben mit einer geringeren Glühtemperatur zu einer größeren Festigkeitssteigerung führt. Die Ergebnisse der Härteprüfungen zeigen genau den Fall. Proben mit einer Glühtemperatur von 970°C haben keine Festigkeitssteigerung erfahren, während die Proben mit einer Glühtemperatur von 950°C deutliche Festigkeitssteigerungen zeigen. So wird die am Anfang aufgestellte These bestätigt, dass für höhere Konzentrationen an Beta stabilisierenden Elementen eine Festigkeitssteigerung bei einer Alterung resultiert.

Werden die Gefügebilder betrachtet, lässt sich das Ergebnis erklären. Für die Glühtemperatu-

ren sind unterschiedliche Gefüge entstanden. Bei der Auslagerung von einer Glühtemperatur von 970°C zeigt sich ein Zerfall des Martensits. Die ehemaligen Nadeln sind an vielen Stellen unterbrochen und es hat sich sekundäre Alpha- und Beta-Phase gebildet. Dieser Effekt ist bei der Haltezeit von acht Stunden noch stärker ausgebildet. Es ist allerdings auch zu beobachten, dass noch einige Nadeln unverändert vorliegen. Dies spricht für eine zu niedrige Haltezeit, da die Nadeln bei steigender Haltezeit eher zerfallen als bei einer kürzeren. Bei längeren Haltezeiten ist aber auch der konkurrierende Prozess stärker ausgeprägt. Bereits nach acht Stunden ist eine starke Vergrößerung der Platten zu erkennen. Eine noch längere Haltezeit würde zu einem noch größeren Wachstum dieser Platten führen, sodass sich die Grenzflächendichte verringert und so die Festigkeit abnimmt. Eine Festigkeitssteigerung durch den Zerfall des verbleibenden Martensits ist also unwahrscheinlich, da die Vergrößerung als Nebenprozess vorliegt. So ist auch die nicht vorhandene Festigkeitssteigerung zu erkären. Der Zerfall des Martensits liegt zwar vor und führt zu einer größeren Grenzflächendichte. Aber gleichzeitig resultiert durch die Vergrößerung eine Abnahme der Grenzflächendichte. Es lässt sich also schließen, dass die beiden Prozesse aufgrund der konstanten Härtewerte in gleichen Maßen aufgetreten sind.

Bei der Auslagerung von einer Glühtemperatur von 950°C zeigt sich ein anderes Ergebnis. Die Härteprüfungen zeigen, dass aufgrund der Auslagerung eine Härtesteigerung von circa 3% resultiert ist. Bei einer Analyse der Gefügebilder dieser Proben werden die Unterschiede gegenüber den Proben mit einer Glühtemperatur von 970°C sichtbar. Bei einem Vergleich der Gefügebilder bei gleicher Haltezeit fällt auf, dass die Nadeln bei der niedrigeren Glühtemperatur einen höheren Teilungsgrad besitzen. Außerdem sind die Nadeln nicht so grob geworden, wie die der hohen Temperatur. Die Aufteilung der Nadeln in kleine Bereiche erklärt die Festigkeitssteigerung der ausgelagerten Proben. Die Grenzflächendichte wird dadurch stark erhöht und so ist eine Ausbreitung der Versetzungen nur mit einem großen Energieaufwand möglich.

Allerdings ist auch bei der niedrigeren Temperatur das Martensit-Gefüge noch deutlich zu erkennen. Bei einer Haltezeit von 24 Stunden ist der Martensit jedoch vollständig zerfallen. Die entstandene Beta-Phase ist in den Gefügebildern als helle Bereiche zu erkennen. Innerhalb der entstandenen Beta-Phase hat sich auch Alpha-Phase gebildet. Diese ist durch die dunklen Bereiche zu erkennen. Die Martensitnadeln haben sich also so geteilt, dass die entstandenen Phasen immer abwechselnd vorliegen. So entsteht im Verhältnis zum nicht ausgelagerten Gefüge ein Gefüge mit mehr Grenzflächen, was zu der Festigkeitszunahme führt.

Der Martensit ist wegen der Instabilität der Phase zerfallen. Je mehr Beta stabilisierende Elemente der Martensit enthält, desto eher zerfällt dieser nach Alpha- und Beta-Phase. Dadurch ist auch der Zerfall bei der niedrigeren Glühtemperatur stärker ausgeprägt als der der hohen Temperaturen. Der konkurrierende Prozess ist bei beiden Ausgangstemperaturen aufgetreten. Die Vergrößerung hatte jedoch weniger Einfluss auf die Probe mit einer Glühtemperatur von 950°C, da diese den höheren Teilungsgrad der Nadeln besitzt. Ein Wachstum dieser Bereiche würde zwar zu einer Festigkeitsabnahme führen, hat jedoch nicht so einen negativen Einfluss wie eine Verbreiterung der noch vorhandenen Martensitnadeln bei einer von einer Glühtemperatur von 970°C ausgehenden Alterung.

Abschließend ist die Wärmebehandlung so gelaufen wie erwartet. Das Martensit ist unabhängig von dessen Primäralpha-Anteil zerfallen. Aufgrund der niedrigen Konzentration an Beta stabilisierenden Elementen hat jedoch der Zerfall des Martensits bei einem Glühvorgang von 970°C keine

festigkeitssteigernde Wirkung. Dies liegt an dem konkurrierenden Prozess, der zu einer Festigkeitsabnahme führt. Die Probe mit einer Glühtemperatur von 950°C konnte hingegen eine deutliche Steigerung der Festigkeit aufweisen. Hier ist das Verhältnis der Bildung von sekundärer Alpha- und Beta-Phase gegenüber der Vergrößerung so, dass die Bildung der stabilen Phasen überwiegt und so die Festigkeit gesteigert werden kann.

Die Ergebnisse des Zugversuchs zeigen hervorragende mechanische Eigenschaften. Die Steigerung der Festigkeit wurde bereits erläutert. Die hohe Bruchdehnung ergibt sich aus der Duktilität der Probe. Diese ist aufgrund des Zerfalls des Martensits entstanden. Aus langen Nadeln haben sich kleine Bereiche an Alpha- und Beta-Phase gebildet. Die sind deutlich duktiler als die vorher vorhandene Martensit-Phase.

Literaturverzeichnis

- [1] Bijish Babu. Physically based model for plasticity and creep of ti-6al-4v. Technical report, Luleå University of TechnologyDepartment of Applied Physics and Mechanical Engineering Division of Material Mechanics, 2008.
- [2] R. Boyer, E.W. Collings, and G. Welsch. *Materials Properties Handbook: Titanium Alloys*. ASM International, 2007.
- [3] Werkstoffdesign TU Cottbus. Titan und titanlegierungen. Technical report, TU Cottbus, 2012.
- [4] Roger Gilbert and C. Richard Shannon. Heat treating of titanium and titanium alloys. Technical report, Teledyne Allvac, 2004.
- [5] Dong-Geun Lee and Sunghak Lee. Effects of nano-sized α_2 (Ti₃Al) particles on quasi-static and dynamic deformation behavior of ti-6al-4v alloy with bimodal microstructure. Technical report, Center for Advanced Aerospace Materials, 2005.
- [6] G. Lütjering and J.C. Williams. *Titanium*. Springer Verlag, 2007.
- [7] W. Lu, Y. Shi, X. Li, and Y. Lei. Correlation between tensile strength and hardness of electron beam welded tc4-dt joints. Technical report, 2013.
- [8] M. Peters and C. Leyens. *Titan und Titanlegierungen*. WILEY VCH Verlag GmbH, 2002.
- [9] R. Sahoo, B. B. Jha, and T. K. Sahoo. Effect of primary alpha phase variation on mechanical behaviour of ti-6al-4v. Technical report, 2015.
- [10] S.L. Semiatin, S.L. Knisley, P.N. Fagin, F.Zhang, and D.R. Barker. Microstructure evolution during alpha-beta heat treatment of ti-6al-4v. Technical report, 2003.
- [11] J. Sieniawski, W. Ziaja, K. Kubiak, and M. Motyka. Microstructure and mechanical properties of high strength two-phase titanium alloys. Technical report, 2013.
- [12] B.D. Venkatesh, D.L. Chen, and S.D. Bhole. Effect of heat treatment on mechanical properties of ti-6al-4v eli alloy. Technical report, Department of Mechanical and Industrial Engineering, Ryerson University, 2008.
- [13] Ulrich Zwicker. *Titan und Titanlegierungen*. Springer Verlag, 1974.

Abbildungsverzeichnis

1.1	lamellares Gefüge	5
1.2	Vollmartensitisches Gefüge	6
1.3	Globulares Gefüge	7
1.4	Titan Aluminium Phasendiagramm	8
1.5	Bi-Modal-Gefüge	10
2.1	Aufbau eines Rasterelektronenmikroskops	12
2.2	Phasendiagramm	14
2.3	Raster für das Auszählverfahren	18
3.1	Gefüge unterschiedlicher Glühtemperaturen	20
3.2	Alphacase	22
3.3	REM Bilder abschrecken von 950°C und 970°C	23
3.4	Gefüge der gealterten Proben Glühen bei 970°C	24
3.5	Auslagerung der Glühtemperatur 950°C bei 2 und 8 Stunden	25
3.6	Gefüge ohne Auslagern	25
3.7	Gefüge mit einer Glühtemperatur von 970°C und unterschiedlichen Alterungszeiten	27
3.8	Gefüge mit einer Glühtemperatur von 950°C und unterschiedlichen Alterungszeiten	27
3.9	Gefüge bei 950°C bei 16h und 24h Auslagerung	28
3.10	REM Aufnahme: 950°C und 24 Stunden Alterung	29
3.11	Ergebnisse der Zugprüfungen	30
3.12	Spannungs-Dehnungskurven der Zugversuche	30
4.1	Vergleich zwischen Ausgangsgefüge und Primäralpha + Martensit	32
4.2	Alpha-Case am Rand der Probe	32
4.3	Härteverlaufsdiagramm der Härteprüfung von der bei 950°C geglühten Probe	33
4.4	Vollmartensit neben Primäralpha + Martensit Gefüge	34

Tabellenverzeichnis

1.1	Zusätzliche Legierungselemente einer Ti-64 Legierung nach DIN EN ISO 5832	8
1.2	Werkstoffkennwerte für verscheide Gefüge	10
2.1	Schleifdauer der einzelnen Schleifstufen	16
3.1	Primäralphaanteil in Abhängigkeit der Glühtemperatur	21
3.2	Härte in Abhängigkeit der Glühtemperatur	21
3.3	Härtewerte ohne Auslagerung	24
3.4	Härteprüfung 970°C Glühen und Auslagern	26
3.5	Härteprüfung 950°C Glühen und Auslagern	26
3.6	Härtewerte für eine Haltezeiten von 16 und 24 Stunden	28
4.1	Mittelwerte der Härte für verschiedene Proben	33